

Maestría en Ciencias e Ingeniería de Materiales

EFFECTO DE LA MICROESTRUCTURA SOBRE LAS PROPIEDADES
MECÁNICAS Y ANTI-CORROSIVAS DE LA ALEACIÓN TI-6AL-4V PARA
APLICACIONES BIOMÉDICAS.

Tesis

Que presenta

TERESA DE JESÚS SÁNCHEZ ROSAS

Para obtener el grado de

Maestra en Ciencias e Ingeniería de Materiales

Asesores

Dr. Juan Daniel Muñoz Andrade y Dra. Miriam Aguilar Sánchez

MÉXICO, D.F., MAYO, 2018



Dedico esta tesis a mis padres Jorge Sánchez y Teresa Rosas, quienes me dieron la vida, educación, apoyo, consejos y además inspiraron mi espíritu para la conclusión de mi proyecto.

A mi hijo Eduardo García Sánchez y Eloy García Santiago por todo su cariño, paciencia y atención brindada.

Para todos ellos hago esta dedicatoria.



AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis asesores de proyecto Dra. Miriam Aguilar Sánchez y Dr. Juan Daniel Muñoz Andrade por la confianza que desde el principio me brindaron para trabajar con ellos,

A mis sinodales Drs. Mario Alberto Romero Romo, Elizabeth Garfias García y en especial a Benjamín Vargas Arista, por su importante aporte, participación activa en el desarrollo de este proyecto. Gracias por sus comentarios y tiempo dedicado a este trabajo.

Al M en C e I. Víctor Jorge Cortes Suarez quien me transmitió su conocimiento, ofreciendo siempre su apoyo.

A todos mis amigos, de manera muy especial a Leobardo Portuguese Pardo y compañeros que de diferentes formas estuvieron presentes a lo largo de mi trayectoria profesional.

A la Universidad Autónoma Metropolitana - Azcapotzalco y al CONACYT por el apoyo económico brindado para la realización de los estudios de posgrado.

CONTENIDO

RESUMEN	7
1 INTRODUCCIÓN	8
1.1 Propiedades Físicas, químicas y mecánicas del Titanio	9
1.2 Generalidades acerca del hueso	10
1.3 Propiedades Fisicoquímicas y mecánicas del hueso	10
2 JUSTIFICACIÓN	11
3 ANTECEDENTES	12
3.1 Titanio y aleaciones de titanio	13
3.2 Tratamientos térmicos	13
3.3 Propiedades Mecánicas del Titanio	15
3.4 Fatiga-Corrosión.	15
3.5 Anisotropía y Energía de Activación	17
4 OBJETIVOS	19
4.1 Objetivo general	19
4.2 Objetivos específicos	19
5 HIPÓTESIS	19
6 METODOLOGÍA	20
Resumen	20
6.1 Dimensiones de las probetas bajo Norma	22
6.2 Caracterización del material	24
6.3 Tratamiento Térmico de envejecido convencional	25
6.4 Tratamiento Térmico de envejecido dúplex	25
6.5 Tratamiento Térmico isotérmico	26
6.6 Tratamiento térmico isotérmico en probetas de impacto, fatiga y corrosión	26
6.7 Tratamiento térmico de recocido en baño metálico en estaño	27
6.8 Microdureza - Norma ASTM E384	27
6.9 Preparación de probetas para caracterización en MEB	27
6.10 Ensayo de tensión -Norma ASTM E8	28
6.11 Ensayo de fatiga - Norma ASTM 606	29
6.12 Ensayo de impacto Charpy V ASTM E23	30
6.13 Sistema de referencia	30
6.14 Prueba de tensión uniaxial	30
6.15 Procedimiento para armar la celda	31
6.16 Prueba de resistencia a la Polarización	32
6.17 Medición del PH de solución salina.	33

7	RESULTADOS	
7.1	Control Microestructural y Dureza por Tratamiento Térmico	
	Resumen	34
	Análisis microestructural	35
	Microestructuras de envejecido convencional	35
	Microestructuras de envejecido dúplex	36
	Microestructuras de tratamiento isotérmico	38
	Microestructuras de tratamiento isotérmico en Zinc	40
	Microestructuras de tratamiento isotérmico en Estaño	42
	Microestructuras de Recocido	44
	Construcción de curvas de dureza Vs tratamiento isotérmico	45
	Dureza Vickers	48
	Distancia inter-laminar	50
	Tamaño de grano	51
	Discusión de resultados	52
	Conclusiones particulares	54
7.2	Fatiga del Titanio aleado	
	Resumen	55
	Parámetros del ensayo	56
	Resultados	58
	Discusión de resultados	68
	Conclusiones particulares	69
7.3	Impacto del Titanio aleado	
	Resumen	70
	Parámetros del ensayo	70
	Resultados	71
	Discusión de resultados	74
	Conclusiones particulares	75
7.4	Ensayo de Tensión unidireccional del Titanio aleado	
	Resumen	76
	Parámetros del ensayo	76
	Resultados	77
	Discusión de resultados	87
	Conclusiones particulares	88
7.5	Corrosión de Titanio aleado	
	Resumen	90
	Parámetros del ensayo	90
	Resultados	91
	Discusión de resultados	94
	Conclusiones particulares	95
7.6	Correlación de parámetros	96
8	CONCLUSIONES	99
9	BIBLIOGRAFÍA	101
10	APÉNDICE	103

NOMENCLATURA.

<i>ASM</i>	<i>Sociedad Americana de Materiales, siglas en Inglés</i>
<i>ASTM</i>	<i>Sociedad Americana de Materiales de Prueba, siglas en Inglés</i>
<i>AISI</i>	<i>Instituto Americano del Hierro y el Acero, siglas en Inglés</i>
<i>HV</i>	<i>Escala de dureza en Vickers.</i>
<i>ED</i>	<i>Envejecido Dúplex</i>
<i>TTI</i>	<i>Tratamiento térmico isotérmico</i>
σ_0	<i>Esfuerzo de Fluencia o cedencia</i>
ξ_{\perp}	<i>Rápidez de deformación</i>
k	<i>Constante de Boltzmann</i>
C	<i>Velocidad de la luz</i>
Q	<i>Energía de activación</i>
R	<i>Constante de los gases</i>
T	<i>Temperatura</i>
λ_{\perp}	<i>Vector de Burgers</i>
N_f	<i>Numero de ciclos a la falla</i>
J_{corr}	<i>Densidad de corriente</i>
V_{corr}	<i>Velocidad de corrosión</i>
UTS	<i>Esfuerzo Máximo.</i>
<i>MEB</i>	<i>Microscopía Electronica de barrio</i>

RESUMEN

Se estudió el efecto de tratamiento térmico isotérmico sobre la microestructura, fractura, impacto y resistencia a la corrosión de la aleación Ti-6Al-4V sometida a una secuencia de tratamientos térmicos. Primero, se realizó la caracterización del material por la técnica de microscopía óptica y medición de microdureza Vickers.

Diferentes tratamientos térmicos tales como envejecido y tratamiento isotérmico se realizaron en la aleación utilizando como medio de calentamiento y enfriamiento baños metálicos. Como primer paso, se realizó un envejecimiento dúplex (ED) el cual consistió en solubilizar a 1050°C por 1 h seguido de un enfriamiento a temperatura ambiente, después se aplicó el tratamiento térmico de envejecimiento en diferentes baños metálicos (Zn, Sn, Bi y Al). Un segundo procedimiento fue un tratamiento isotérmico (TTI) que consistió en solubilización y enfriamiento directo dentro de los diferentes cuatro baños mencionados anteriormente. El análisis microestructural por microscopía óptica mostró un refinamiento estructural después del tratamiento con TTI en baño de estaño. El mayor valor de dureza 375 HVN se logró en TTI con baño de Zn, se encontró que dependía del refinado en fase laminar α . Además, después del tratamiento con TTI durante 0,5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 h a 550°C en el baño metálico de Zn y Sn, los resultados indicaron valores de dureza similares en diferentes tiempos, dando como resultado la cinética más rápida de 50% para Sn a 2 h en comparación con las 4 h en baño metálico Zn.

Los resultados de las pruebas de fatiga a bajos ciclos de acuerdo con el análisis fractográfico mostraron fracturas por fatiga mediante estrías indicando propagación de grietas aplicando el TTI en Sn para tiempos mayores a 10 h de tratamiento. Al incrementar el tiempo de tratamiento disminuyó la vida a fatiga del titanio aleado debido a que se tiene un deterioro en propiedades, por lo cual se sugieren tiempos cortos de tratamiento. La prueba de impacto Charpy V mostró una disminución en la energía absorbida a 650°C en Sn por 4h, a 650°C por 1 h se obtuvo la mayor dureza 251 HV y tenacidad a la fractura 69 J. A un tiempo de 3.15 h se obtuvieron propiedades intermedias; es decir, microdureza 186HV y energía absorbida de 176 J. De las pruebas de tensión se mostró que el titanio presenta anisotropía ya que el origen se debe al relativo desalineamiento de los sistemas de deslizamiento entre las fases α y β (110) β /(002) α y [111] β /[110] α . Alcanzó las máximas propiedades de σ_0 , UTS Y energía de activación en la muestra maquinada en dirección transversal respecto al eje de laminación.

Las pruebas de Tafel en solución simulada a 25°C y PH a 7.51 indicaron que a 30 h de tratamiento isotérmico mostraron un incremento en la velocidad de corrosión debido al crecimiento de α , tanto en el límite de grano como en el interior, para tiempos cortos de 2 h se mostró una velocidad de corrosión 0.2734 (mpy) la cual es menor en un 24% respecto a 30 h. Por lo tanto a tiempos prolongados de tratamiento isotérmico a 550°C es un proceso de degradación microestructural y pérdida de propiedades mecánicas en la aleación Ti-6Al-4V; ya que se produjo engrosamiento de laminillas Widmanstätten, crecimiento de grano y reducción de resistencia a la corrosión. Sin embargo con este estudio se puede predecir el comportamiento mecánico de la aleación en servicio.

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, el uso de biomateriales está generalizado existiendo una clara complementariedad entre las opciones que ofrecen los metales, cerámicos, polímeros y compósitos, y los desarrollos más importantes e interesantes están ligados a una amplia participación multidisciplinaria en donde deben de estar presentes desde los especialistas en medicina y cirugía hasta los diseñadores de bioingeniería, pasando por físicos, químicos, e ingenieros de materiales, así como farmacéuticos, biólogos y médicos especialistas en el análisis del comportamiento biológico tanto a nivel celular como en el ámbito tisular [1, 2].

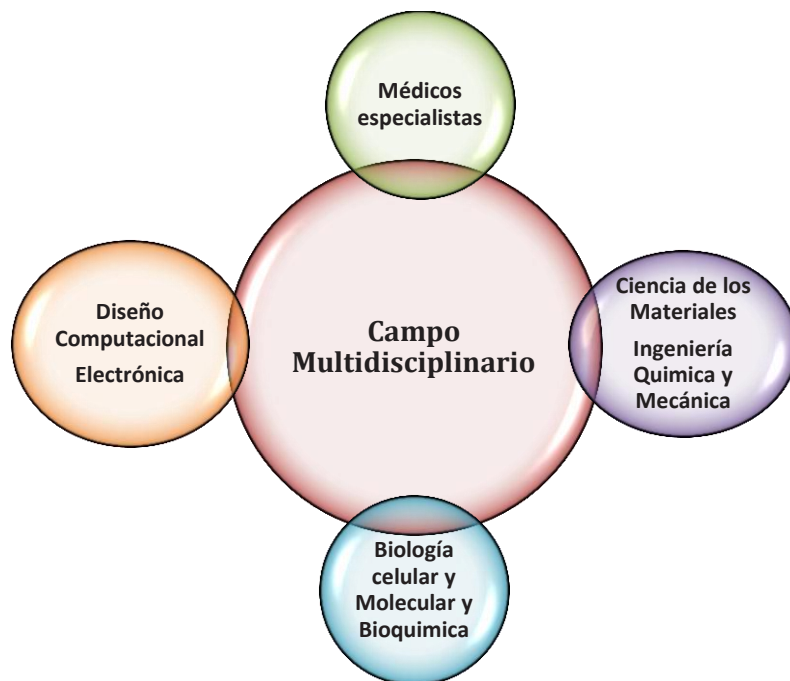


Figura 1. Áreas de conocimiento implicadas en la síntesis, procesamiento, determinación de la estructura y propiedades fisico-químicas y biológicas, funcionamiento y aplicación de los biomateriales.

Durante las dos décadas pasadas y hasta el momento los implantes de Titanio son los más ampliamente usados debido a su buena relación resistencia-densidad, la cual es una ventaja para aplicaciones biomédicas, presenta un buen comportamiento mecánico, son compatibles con el cuerpo humano debido a que tiene la propiedad de formación de capas muy delgadas de óxido, esto debido a su afinidad electrónica que tiene con el oxígeno, la cual resulta favorable ya que forma una película protectora ante la corrosión.

Es importante conocer las características de dichos materiales, así como sus funciones, requisitos, comportamiento y aplicaciones para que se tenga una interacción armónica con el cuerpo. El titanio es el único metal en estado puro y aleado que puede usarse en implantes y prótesis. Las aleaciones a base de titanio son las más usadas en ortopedia y traumatología. [2, 3]

La aleación de titanio más empleada en este campo contiene aluminio y vanadio según la composición: [Ti6Al4V]. Ver tabla 1.

Tabla 1. Composición Química del sistema de aleación [Ti6Al4V] [4].

Ti	Al	V	C	N	O	Fe
89.26	6.37	4.11	0.01	0.01	0.10	0.13

Las razones para considerar el material ideal para implantes óseos son:

- El titanio es inerte, la cubierta de óxido en contacto con los tejidos es insoluble, por lo cual no se liberan iones que pudieran reaccionar con las moléculas orgánicas.
- El titanio en los tejidos vivos representa una superficie sobre la que el hueso crece y se adhiere al metal, este fenómeno es conocido como osteointegración.

1.1 Propiedades Físicas, químicas y mecánicas del Titanio.

El Titanio es un metal que sufre transformación alotrópica a la temperatura de 882°C, pasando de una estructura hexagonal compacta (HCP) fase α , a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) fase β , lo cual permite que este metal sea susceptible a tratamiento térmico con transformación total. El titanio tiene la facilidad de disolver por sustitución o intersticialmente en su red cristalina otros elementos, de los cuales, dependiendo del número de electrones de valencia del elemento, tienden a estabilizar alguna de las dos fases alotrópicas. Su densidad es de 4.5 g/cm^3 que es inferior comparada con el acero inoxidable AISI 316L 7.9 g/cm^3 , este metal se destaca por su alto punto de fusión que es de 1668°C, su baja capacidad térmica, comparada con la de acero inoxidable y sus bajos coeficientes de conductividad y dilatación térmica. La resistencia a la tracción y la ductilidad es muy baja para el titanio puro, sin embargo estos se pueden incrementar con la adición de elementos de aleación [5].

1.2 Generalidades acerca del hueso.

El hueso óseo está constituido de manera general por una matriz que tiene cuatro tipos de células: Osteoprogenitoras las cuales son las que rodean exteriormente al hueso y a partir de estas se generan los osteoblastos las cuales segregan colágeno promoviendo la construcción del hueso, posteriormente de estas se derivan las células de osteocitos que constituyen la mayor parte del tejido y su función primordial es mantener las actividades celulares; es decir que se lleven a cabo el intercambio de nutrientes y productos de desecho y finalmente se tienen los osteoclastos las cuales se derivan de los monocitos que se quedan adsorbidos sobre la superficie del hueso. En general el hueso, contiene 25% de proteínas, 25% de agua y 50% de sales minerales. Dada la estructura tan compleja del hueso este no es totalmente sólido, por lo cual este es compacto y esponjoso en su interior [6].

1.3 Propiedades Fisicoquímicas y mecánicas del hueso.

La estructura de los huesos es heterogénea tal y como se muestra en la figura 1 y anisotropía; es decir sus propiedades mecánicas varían dependiendo de la dirección en que estas son evaluadas, y asimismo dependen de la geometría del hueso objeto de estudio. El hueso tiene una densidad de 2.1 g/cm^3 y un módulo elástico de 20 GPa. El hueso compacto, sometido a tracción según un eje paralelo a su eje cilíndrico da una resistencia típica de 135 MPa. Aunque las propiedades mecánicas del hueso sean inferiores a los materiales estructurales, el hueso tiene la ventaja de ser capaz de auto-regenerarse [3, 6].

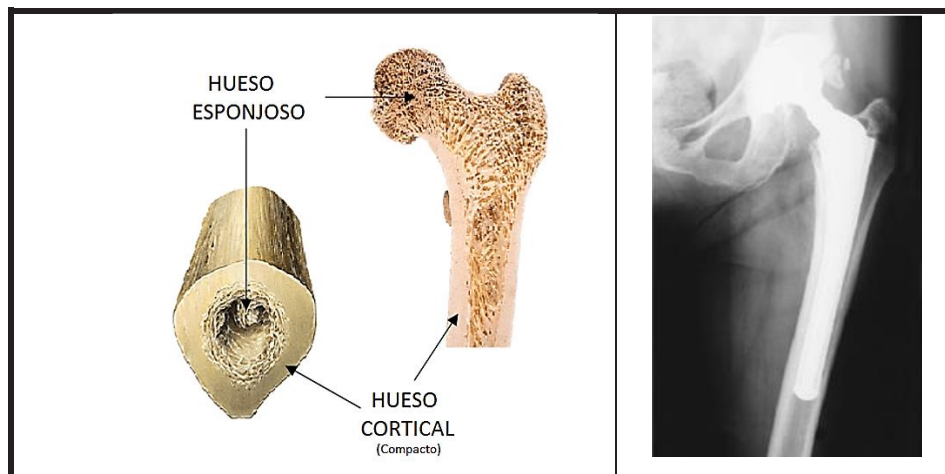


Figura 2. Sección transversal y longitudinal del fémur derecho donde se puede observar la zona esponjosa y cortical del hueso [6].

2. JUSTIFICACIÓN

La generación de nuevos biomateriales metálicos, diseñados específicamente para aplicaciones biomédicas que promuevan una respuesta deseable y adecuada del medio biológico requiere de varios grupos de investigación multidisciplinarios para abordar los estudios sobre la relación entre propiedades superficiales y la respuesta de biocompatibilidad, a la fecha, las investigaciones se han hecho básicamente desde dos puntos de vista separados; los materiales por una parte y por otra los procesos biológicos [7].

En el primer grupo se ha dado énfasis al cómo afectan las propiedades de los materiales en algún proceso celular específico, como puede ser la regeneración de tejidos. Mientras que, desde el punto de vista biológico se da mayor énfasis en identificar como se afectan los procesos biológicos; principalmente por la interacción con el material.

Sin embargo aún falta establecer las relaciones entre ambos enfoques para que los estudios se lleven a cabo de manera simultánea. Por lo tanto, la idea es contar con materiales capaces de sustituir al hueso. Es necesario realizar un estudio integral de la aleación Ti-6Al-4V de aplicación biomédica involucrando la biocompatibilidad y su correlación con las propiedades mecánicas de la aleación, sometida a un tratamiento térmico para contribuir a la mejora continua de las aplicaciones biomédicas de este material metálico.

3. ANTECEDENTES

Para la reconstrucción o sustitución de huesos u órganos el ser humano desde la antigüedad ha utilizado los materiales disponibles en la propia naturaleza, desde piedras, partes de hueso de algún animal, conchas y metales [1,3].

Hasta el siglo XVIII los materiales metálicos utilizados en implantes quirúrgicos eran el oro y la plata, siendo en el siglo XIX cuando alrededor del 40% de las intervenciones más frecuentes implicaban el uso de materiales metálicos, en este mismo siglo se desarrollaron diversas aleaciones principalmente aceros inoxidables y aleaciones de cromo-cobalto-molibdeno con buenas propiedades mecánicas y una alta resistencia a la corrosión. Las investigaciones sobre los materiales metálicos tolerables por el organismo para la fabricación de prótesis e implantes se impulsó después de la segunda guerra mundial, por la necesidad de rehabilitar a los inválidos de guerra. Entre 1950 y 1975 fueron determinadas las características que deben de cumplir los biomateriales para implantes y prótesis, así como la integridad de los mismos tras su implantación a lo largo plazo, que no sean tóxicos y determinación de su respuesta inflamatoria [7].

Durante los años 60 se publicaron los primeros estudios sobre las lesiones provocadas por la presencia de un implante y se introdujo de esta manera el término biocompatibilidad, el cual define el grado de tolerancia del biomaterial por parte del organismo. Años más tarde se introdujo el titanio y sus aleaciones en el campo de la medicina. Actualmente la aplicación de biomateriales metálicos es muy común y se han utilizado ampliamente en todos los aspectos de la ciencia e ingeniería y medicina. Por lo general se prefiere el uso de los metales por encima de los polímeros y cerámicos por su buena combinación de resistencia y ductilidad.

Los materiales metálicos existen en la corteza terrestre en forma de óxidos metálicos, la singularidad de estos es que pueden ionizarse de manera muy fácil, lo que explica la facilidad con que se combinan con otros átomos. La combinación de un metal con otro u otros elementos forman un sistema de aleación, lo cual conduce a que estas sean susceptibles a tratamientos térmicos, debido a una movilidad electrónica especial y propia de los metales, promoviendo un cambio microestructural y por lo tanto una modificación en las propiedades mecánicas y físico-químicas del material, a diferencia de otros materiales como por ejemplo, los cerámicos [4,6].

3.1 Titanio y aleaciones de titanio.

En 1794 se descubrió este metal en el rutilo (TiO_2) y fue denominado titanio por el color del óxido (de titanios, tierra blanca). Las fuentes normales para la obtención del Titanio son el rutilo y la ilmenita. Sólo el 5-10 por ciento del Ti obtenido se transforma en metal, el resto se emplea fundamentalmente como pigmento de pinturas (50%) y en la industria del papel [3].

En 1937, W. Kroll publicó el procedimiento para la obtención del titanio por reducción con magnesio del Cl_4Ti , del cual se obtiene una esponja de titanio impuro, que se purifica y compacta para formar un electrodo que se funde en vacío, se realiza la adición de elementos de aleación y se procede a una segunda o hasta una tercera fusión, esto con el objetivo de aumentar la pureza y la homogeneidad del material [3, 8]

Los elementos con los que se puede formar el Titanio sistema de aleación son el carbono, oxígeno y nitrógeno, cuyos átomos son lo suficientemente pequeños para posicionarse en los intersticios de su red reticular; y con los metales cuyos tamaños atómicos son similares al suyo pueden sustituirse unos átomos por otros, modificando de esta manera las propiedades. Los elementos de aleación del tipo sustitucional para formar sistemas de aleación con el Titanio se pueden dividir en cuatro clases:

1. Los que son solubles completamente en titanio α y β . Ejemplo: Zirconio.
2. Los que son solubles en todas las proporciones en la forma β , pero tienen una limitada solubilidad en α . Ejemplos: Molibdeno y niobio.
3. Los que son parcialmente solubles tanto en α como en β , con mayor preferencia en β . Ejemplos: Cromo, hierro, manganeso y el vanadio.
4. Los que son parcialmente solubles tanto en α como en β , con mayor preferencia en α . Ejemplo: Aluminio. [3, 9]

3.2 Tratamientos Térmicos.

El Titanio es un metal que sufre transformación alotrópica a la temperatura de 882°C , pasando de una estructura hexagonal compacta (HCP) fase α a una estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC) fase β , lo cual permite que este metal sea susceptible a tratamiento térmico con transformación total por lo cual se pueden obtener aleaciones con α , β o $\alpha + \beta$, lo cual depende de sus principales elementos de aleación quienes son los que estabilizan cada fase.

Las aleaciones $\alpha + \beta$ pueden tener tres microestructuras: Widmanstätten, laminar o equidireccional.

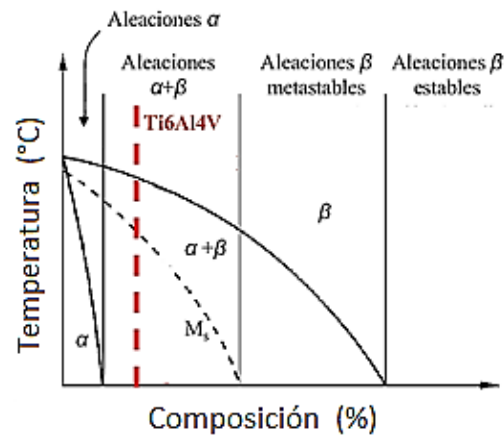


Figura 3. Diagrama de Fases β -isomorfo indicando la posición de la aleación en función de su composición química. [9]

Cuando se eleva la temperatura por encima de 970°C de la línea de transformación β la estructura del material solubiliza con fase totalmente β . Si el enfriamiento es lo bastante rápido, unas placas de fase α crecen en el borde de los granos de fase β las cuales resultan ser más finas si la velocidad de enfriamiento es más rápida, de la cual resulta una estructura Widmanstätten la cual es muy típica de los aceros al carbono y aleados.

Cuando se eleva la temperatura hasta el dominio de la fase $\alpha + \beta$ y se enfría lentamente se obtiene una microestructura equidireccional. Esta microestructura está constituida de granos de α primarios equidireccional en una matriz de β transformado. Una microestructura equidireccional proporciona una mayor ductilidad, mejor resistencia a la iniciación de grietas por fatiga y es más conformable. Con la presencia de las dos fases se puede obtener una buena combinación de ductilidad y resistencia en la aleación de titanio. [8]

3.3 Propiedades Mecánicas del Titanio.

La aleación Ti-6Al-4V es una aleación tipo $\alpha + \beta$ es la más utilizada industrialmente de entre todas las aleaciones de titanio, esto debido al excelente balance entre sus propiedades mecánicas las cuales se resumen en la tabla 1, además de su resistencia a la corrosión, buen comportamiento a elevada temperatura, buena capacidad para ser trabajado mecánicamente y susceptibilidad a tratamientos térmicos. La resistencia del Titanio y sus aleaciones es en general inferiores comparadas con las aleaciones base cobalto y las de acero inoxidable AISI 136L [10, 11, 12].

Tabla 2. Propiedades Mecánicas Típicas a Temperatura de 20°C [5] [6] [9] [10] [13]

Aleación	Composición química aproximada	Tipo	Condición	$\sigma_0(0.2\%)$ [MPa]	UTS [MPa]	E [GPa]	% ε en 50 mm	Dureza
Comercial ASTM Grado 2	98%Ti	α	Estructura de Fabricación	275	345	103	20	80HRB
Ti-6Al-4V	90%Ti 6%Al y 4%V	$\alpha + \beta$	Envejecido	965	1035	110	8	36-39 HRC
			Recocida	825	895	110	10	24-27 HRC
			Conformado Recocido	880	925	101	18
			Solubilizado y Temple en agua	750	885	15	20-25 HRC
Ti-13Nb- 13Zr	74%Ti, 13%Nb y 13%Zr	β	Envejecido	836	973	79	10
Hueso (fémur)	25% proteínas 25% agua 50% sales minerales	-----	-----	95	135	20	75 HRB

3.4 Fatiga-Corrosión.

Varios estudios han demostrado que las aleaciones y los materiales metálicos utilizados como biomateriales han resultado ser tóxicos, lo cual provoca la falla del dispositivo debido a que se corroe con los fluidos fisiológicos, el titanio tiene el atributo de formar una capa delgada de óxido ya que tiene mucha afinidad con el oxígeno, por la cual dicha capa se forma de manera espontánea cuando la superficie del metal es expuesta al aire o en un medio acuoso [14].

La liberación de iones metálicos producidos por la corrosión electroquímica es un caso de estudio debido a que se aplica principalmente a los metales como biomateriales, ya que, la absorción de estos productos de corrosión por el cuerpo puede generar efectos tóxicos o reacciones alérgicas.

Por lo cual la biocompatibilidad del dispositivo (metal/aleación) depende principalmente de su resistencia a la corrosión y la toxicidad de estos. Por lo tanto muchos de estos fenómenos corrosivos son fundamentalmente procesos electroquímicos, los cuales son los principales métodos o formas de estudio de la corrosión. Para determinar la velocidad de corrosión de un metal en un medio específico es necesario conocer las curvas de polarización (corriente vs potencial) de cada una de las reacciones que acompañan el proceso [14].

La resistencia a la polarización es una de las técnicas electroquímicas para medir potenciales, esta técnica consiste en desplazar al sistema de su potencial de equilibrio, a otro valor de potencial ya sea catódicamente o anódicamente, registrándose las variaciones de potencial y de corriente, en el sistema debido a este desplazamiento [11]. La acción simultánea de ataque químico o corrosivo y los esfuerzos cíclicos se le conoce como la fatiga-corrosión, por lo cual al actuar de manera simultánea, la disminución de las propiedades de fatiga es muy notoria, se acelera la propagación de las grietas de fatiga por causa del ataque químico o el medio corrosivo.

Los materiales muestran un límite de fatiga definido cuando se ensayan en el aire y a la temperatura ambiente, no muestran tal límite si se ensayan en un medio corrosivo por lo cual los ensayos dependerán de la velocidad la cual puede ser de bajo ciclado, es decir; 5-10 ciclos/segundo o alto ciclado 200 ciclos/ segundo

La protección superficial es una buena opción contra el ataque corrosivo mediante recubrimientos metálicos o no metálicos ofreciendo resultados positivos si la capa de recubrimiento no se rompe por la acción de las tensiones cíclicas [15]. Actualmente la resistencia a la fatiga de la aleación Ti-6Al-V se reportan valores alrededor de 600 Mpa en medio de Aire [16].

3.5 Anisotropía y Energía de Activación

El estudio de las propiedades de los materiales y de cómo se ven afectadas es de gran interés por la cantidad de procesos a la que los materiales pueden ser sometidos. Las propiedades mecánicas de los materiales metálicos dependen de la composición química, estructura cristalina, morfología de las fases, las condiciones termo-mecánicas a las que son sometidos y anisotropía. Un material es anisótropo cuando sus propiedades dependen de la orientación según la cual se hace la medición de ellas.

En los procesos metal-mecánicos para la fabricación de láminas de titanio se relacionan los mecanismos de deformación plástica con la energía de activación para llevar a cabo distintos procesos. Los mecanismos que se generan durante la deformación plástica son deslizamiento y salto de dislocaciones, deslizamiento en los bordes de grano, migración de bordes de grano y crecimiento de grano.

Al deformar el material los átomos pueden moverse en las redes cristalinas desde una posición a otra si hay presente suficiente energía de activación, proporcionada ésta por la vibración térmica de los átomos, y si hay vacantes u otros defectos cristalinos en la estructura para que ellos los ocupen. Las vacantes en los metales son defectos en equilibrio, y por ello algunos están siempre presentes para facilitar que tenga lugar la difusión sustitucional de los átomos. La capacidad de los átomos y de las imperfecciones para difundirse aumenta conforme aumenta la temperatura [3]. La importancia de determinar la energía de activación en los procesos de deformación de materiales se ve reflejada en optimización de procesos y costos a nivel industrial. El término de energía de activación se introduce con Arrhenius, que define la razón de movimiento de los átomos y las imperfecciones al difundirse en el material:

$$\text{Razón de movimiento} = C_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \dots \dots \dots (1)$$

Donde C_0 es una constante, R es la constante de los gases ($1.987 \text{ cal/mol} \cdot \text{K}$), T es la temperatura absoluta (K) y Q la energía de activación (cal/mol) requerida para que una imperfección se mueva. Pero para ésta ecuación el valor de Q es una constante ya que se define como la energía mínima que necesita un sistema antes de poder iniciar un determinado proceso, por lo que no se puede calcular durante cada paso de deformación del material.

En 1976 Mohamed y Langdon [17] desarrollan una modelo que permite calcular la energía de activación a intervalos de temperatura y esfuerzo aplicado:

$$Q_a = nR \left[\frac{\partial \ln \sigma}{\partial (1/T)} \right] \dots \dots \dots (2)$$

Donde R es la constante de los gases ($1.987 \text{ cal/mol} \cdot K$), T es la temperatura absoluta (K), σ es el esfuerzo aplicado y Q_a la energía de activación promedio en el intervalo tomado, pero no se puede determinar para cada instante del proceso.

Recientemente Muñoz-Andrade [18] desarrolló una nueva teoría con la que asocia y describe las propiedades mecánicas del material, con los mecanismos que activan la deformación plástica, en donde se involucran dos nuevos conceptos esenciales para la descripción de esta teoría de flujo plástico: Primero, los cristales individuales se consideran como *sistemas cristalinos extendidos espacialmente* (SCEE) y segundo, los policristales se consideran como *sistemas policristalinos extendidos espacialmente* (SPCEE), siendo un principio conceptual asociado a la dinámica de todo sistema físico extendido espacialmente, con respecto a la estructura cósmica del universo.

Con este modelo se relacionan la expansión de los SCEE y SPCEE con la expansión del universo a velocidad constante, durante los procesos de deformación plástica, asociando la ecuación de Orowan del flujo plástico, presentada en el artículo titulado “Sixty years of dislocations” [19] se define la ecuación propuesta por Muñoz-Andrade para la obtención de la energía de activación para el flujo plástico:

$$Q_{\perp} = -kT \ln \left[\frac{\rho_{\perp} v_{\perp} \lambda_{\perp}^2}{c} \right] = -kT \ln \left[\frac{\xi_{\perp} \lambda_{\perp}}{c} \right] \dots \dots \dots (3)$$

Donde ξ_{\perp} es la rapidez de deformación asociada con la ecuación de Orowan para la deformación plástica, $\xi_{\perp} = \rho_{\perp} v_{\perp} \lambda_{\perp}$, donde λ_{\perp} es el vector de Burgers, ρ_{\perp} es la densidad de dislocaciones y v_{\perp} es la velocidad promedio de deslizamiento de las dislocaciones, T es la temperatura absoluta (K), k es la constante de Boltzmann ($k = 1.38 \times 10^{-23} \text{ J/K}$), c es la constante de la velocidad de la luz ($c = 299792458 \text{ m/s}$) y Q_{\perp} es la energía de activación para el flujo plástico asociado a las dislocaciones móviles inducidas por el desplazamiento de los SPEE.

4. OBJETIVOS

4.1 Objetivo General

- Evaluar el efecto de la microestructura sobre las propiedades mecánicas bajo tensión unidireccional, impacto dinámico, fatiga y corrosión de la aleación Ti-6Al-4V.

4.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la microestructura de la aleación Ti-6Al-4V por la técnica de microscopía óptica, microdureza (HV) y composición química.
- Evaluar las propiedades mecánicas y anisotropía de la aleación Ti-6Al-4V bajo tensión unidireccional a velocidad de cabezal constante, en dirección longitudinal, transversal y diagonal respecto al eje de laminación del material.
- Determinar la microestructura y dureza intermedia para las pruebas de impacto, fatiga y corrosión a partir del diseño de tratamiento térmico.
- Evaluar el efecto de la microestructura sobre la resistencia al impacto con pruebas Charpy V en la aleación Ti-6Al-4V.
- Evaluar el efecto de la microestructura sobre la resistencia a fatiga con pruebas de flexión de viga rotativa de la aleación Ti-6Al-4V. .
- Evaluar las propiedades anticorrosivas de la aleación Ti-6Al-4V por el método de resistencia a la polarización en solución fisiológica simulada a temperatura ambiente y PH 7.5.
- Establecer la correlación entre la microestructura, las propiedades mecánicas y la resistencia a la corrosión de la aleación Ti-6Al-4V, obtenida por el Método de Resistencia a la Polarización.

5. HIPÓTESIS

Con el diseño de un tratamiento térmico innovador se obtiene una microestructura bifásica en la aleación Ti-6Al-4V, la cual presenta propiedades mecánicas intermedias para una adecuada resistencia a la fatiga, impacto y corrosión, mismas que le otorgan las características apropiadas para aplicaciones biomédicas.

6. METODOLOGÍA

Resumen

En este apartado se describen todas las pruebas realizadas durante el trabajo de investigación acerca del titanio aleado que corresponde al estándar ASTM F136. Con el fin de obtener las condiciones idóneas de tratamiento térmico a partir de una serie de calentamientos y enfriamientos controlados en baño metálico en estaño del sistema de aleación y así poder evaluar los aspectos microestructurales y propiedades mecánicas derivadas del ensayo de tensión, impacto, fatiga y comportamiento a la corrosión en función del tiempo de tratamiento isotérmico. Se procedió de acuerdo a la secuencia experimental mostrada en el siguiente esquema.

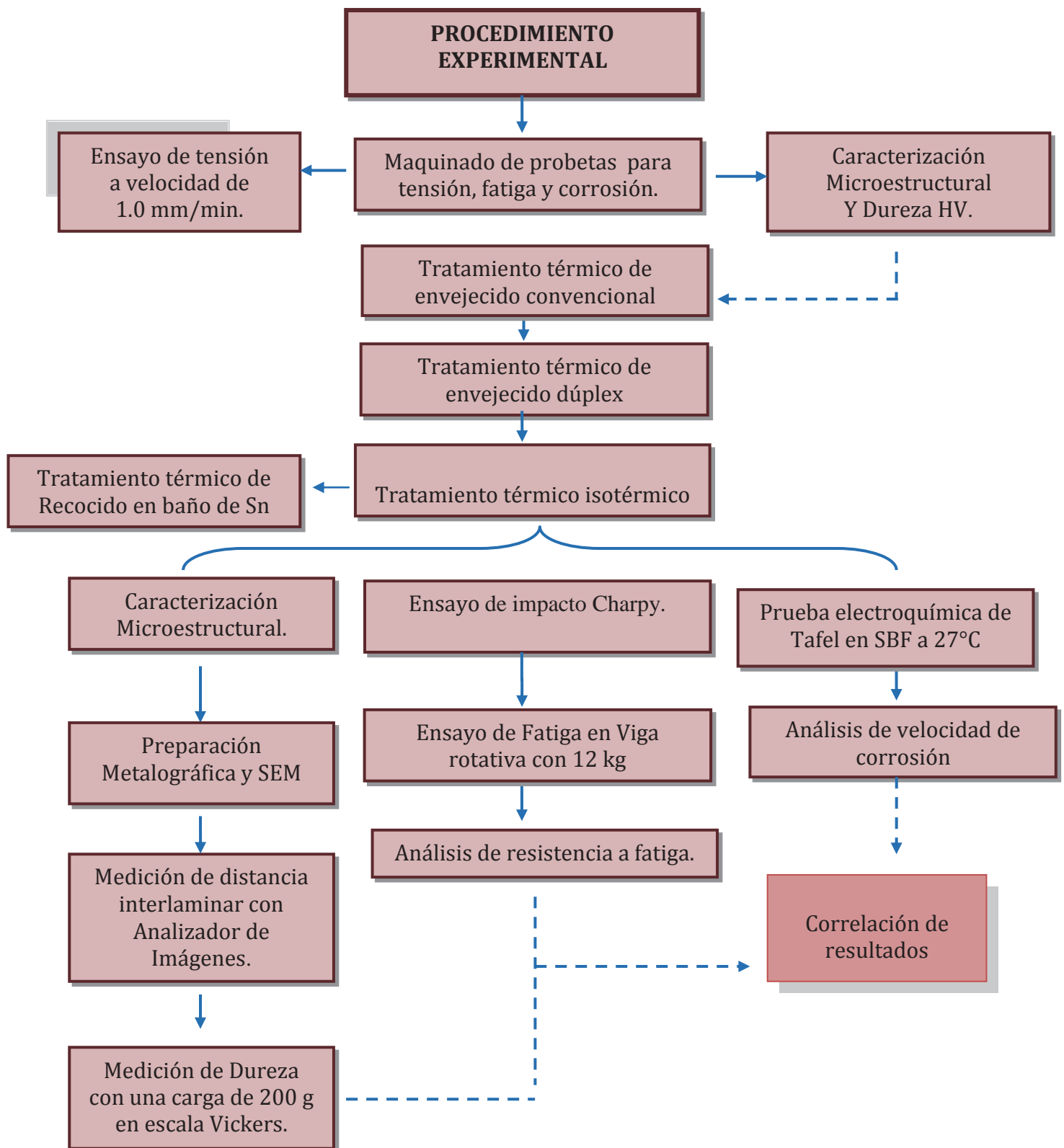


Diagrama de bloques del desarrollo experimental.

6.1 Dimensiones de las probetas bajo Norma

El material utilizado en el presente estudio fue una barra y una placa de la aleación de Titanio que corresponde al estándar ASTM F136 [20] con un diámetro nominal de 12.7 mm y un espesor de 0.5 mm respectivamente. Las dimensiones de las probetas de tensión, impacto, fatiga y corrosión son indicadas por las siguientes figuras.

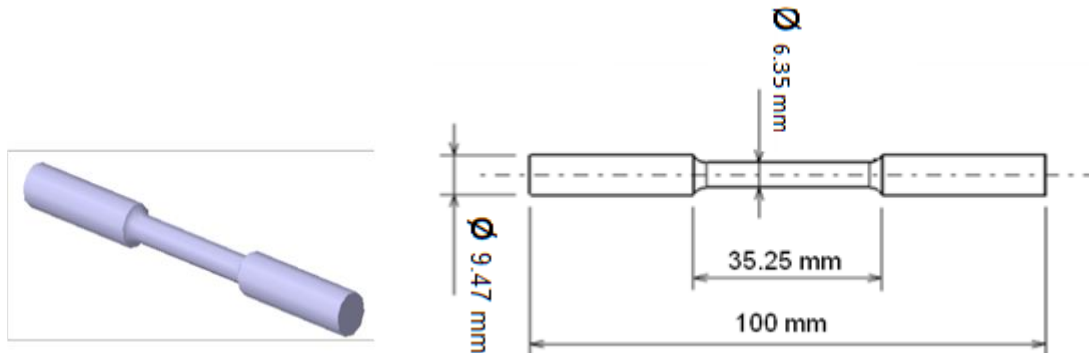


Figura 4. Dimensiones de las probetas para tensión bajo la norma ASTM E8M-04.

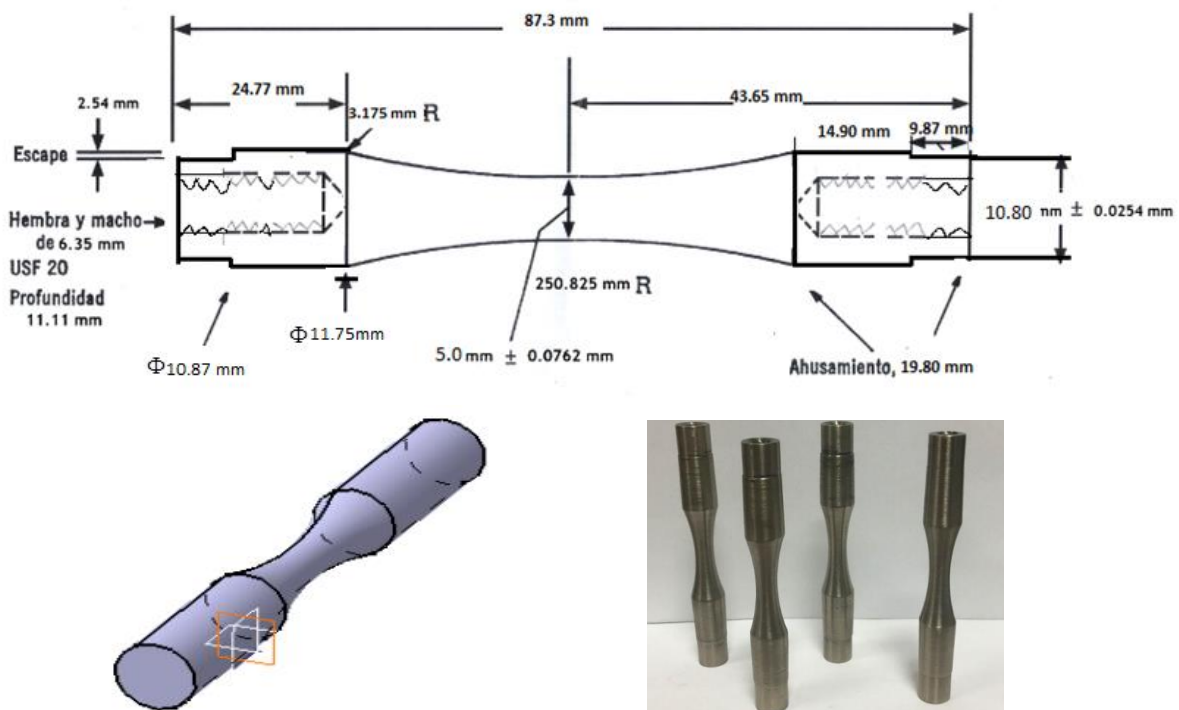


Figura 5. Dimensiones de las probetas para Fatiga bajo la norma ASTM 606

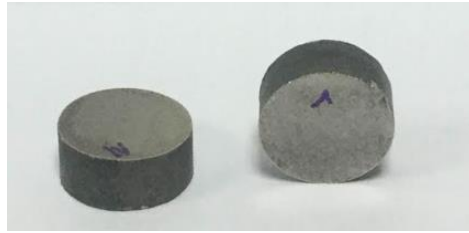
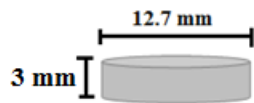


Figura 6. Dimensiones de las probetas para corrosión

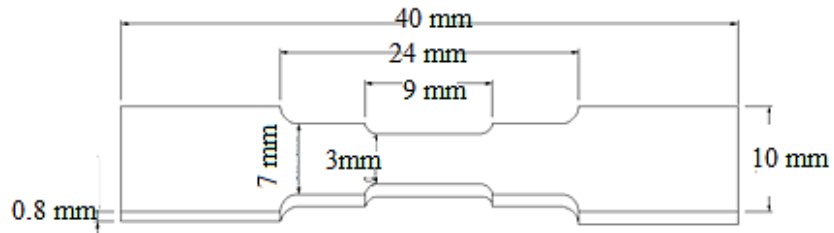


Figura 7. Dimensiones de las probetas planas para tensión

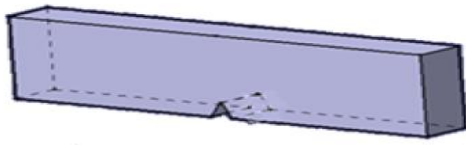
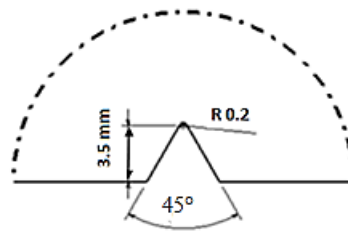
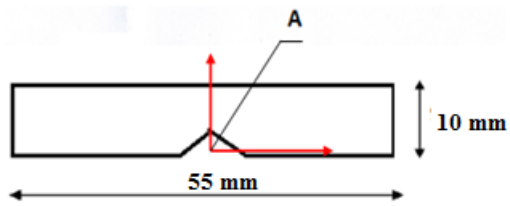


Figura 8. Dimensiones de las probetas para Charpy V.

6.2 Caracterización del material

Para la caracterización microestructural se realizó una preparación metalográfica, para lo cual se cortó transversalmente el material de 12.7 mm de diámetro y 6 mm de espesor, enseguida se realizó un desbaste con lija de carburo de silicio desde granulometría No. 80 hasta 2000, después se pulieron las muestras sobre un paño con pasta de diamante $0.01\ \mu m$. Finalmente para revelar la microestructura se realizó un ataque químico de 2s utilizando una solución con 7.5 ml HF + 7.5 ml HNO₃ + 85 ml H₂O [21].

Tabla 3. Composición química de la aleación de titanio bajo estudio. %Wt

Ti	Al	V	N	C	Fe
89.38	6.17	3.78	0.05	0.10	0.30

Una vez obtenida la microestructura del material se procedió a realizar el análisis de las muestras por la técnica de microscopía óptica con un microscopio Olympus.



Figura 9. Equipo a) Cortadora, b) Desbastadora, c) Pulidora, d) Microscopio Olympus

Tabla 4. Propiedades mecánicas de la aleación de titanio derivadas de tensión.

Condición del Material	Dureza Vickers HVN (200 Kg _f)	$\sigma_{Ys\ 0.2}$ (MPa)	UTS (MPa)	Elongación %
Metal Base Recocido	190	410	523	20

6.3 Tratamiento térmico de envejecido convencional

Se cortaron muestras cilíndricas de 3 mm de espesor para realizar el tratamiento térmico, el cual consistió, en solubilizar a 1050 °C por 60 min, seguido a esto se enfrió en dos medios acuosos: agua y aceite. Posteriormente, se llevó a cabo un envejecido dentro de mufla a 550°C durante 30 min, seguido de un enfriamiento al aire, ver figura 10).

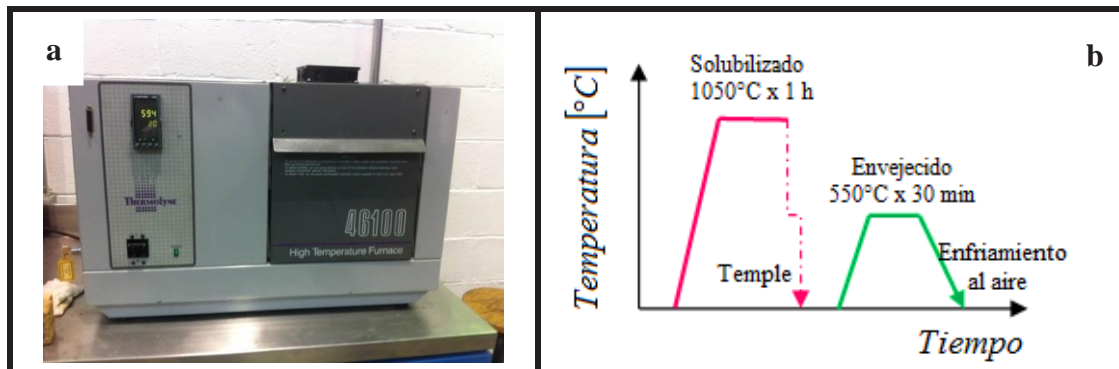
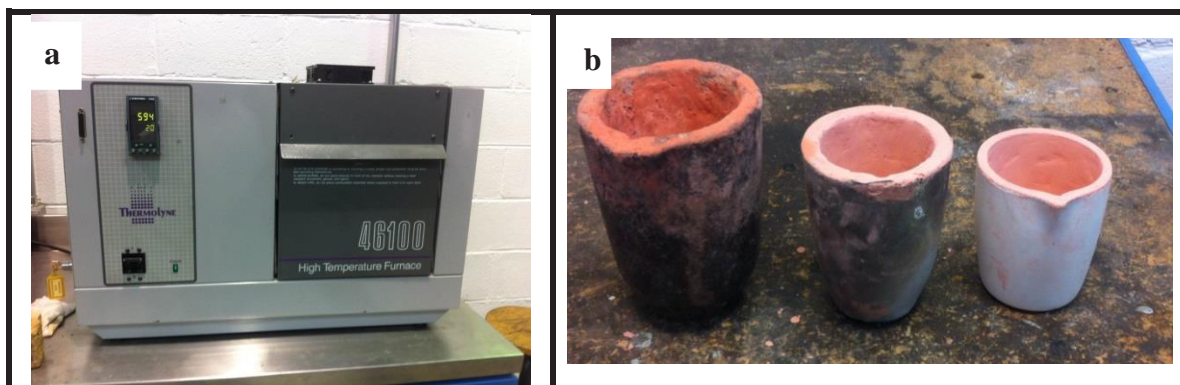


Figura 10. a) Horno , b) Condiciones de tratamiento térmico

6.4 Tratamiento térmico de envejecido dúplex

Este tratamiento consistió en solubilizar el material a 1050 °C por 60 min, enseguida se enfrió rápidamente en aceite, para posteriormente realizar el envejecido dúplex durante 30 min en un baño metálico utilizando: a) Al a 760 °C, b) Zn, c) Bi y d) Sn a 550 °C, seguido de un enfriamiento al aire, ver figura 11)



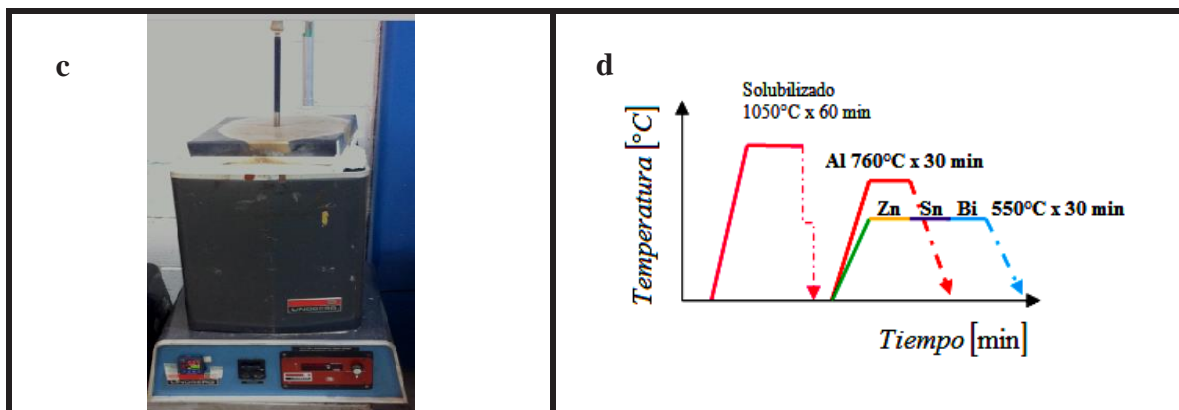


Figura 11. a) Horno, b) Crisoles, c) Horno Vertical, d) Condiciones de tratamiento térmico.

6.5 Tratamiento térmico isotérmico.

Este tratamiento consistió en solubilizar a 1050 °C durante 60 min, enseguida se realizó un enfriamiento directo introduciendo la muestra en la mufla a 550 °C por 30 min, así como tratamiento isotérmico por 30 min en baños metálicos utilizando: a) Al a 760 °C, b) Zn, c) Bi y d) Sn a 550 °C, como se observa en figura 12), respectivamente. Finalmente, se realizó un tratamiento isotérmico en baños de Zn y Sn a 550 °C por tiempos de 1, 2, 3, 4, 10 y 30 h de permanencia.

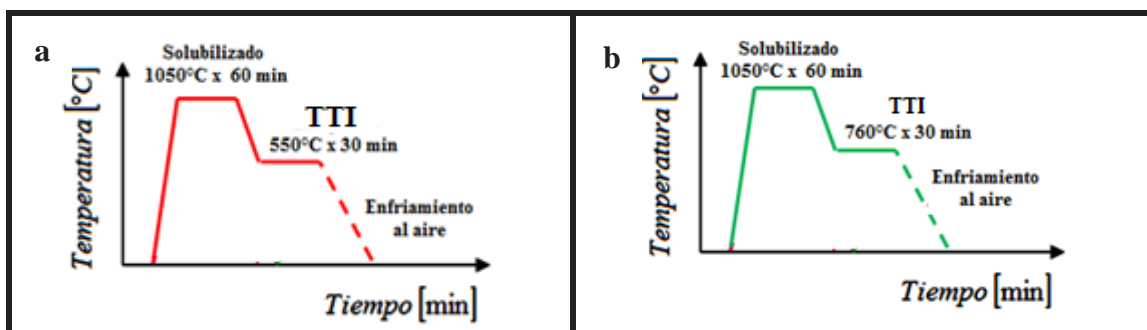


Figura 12. Condiciones de tratamiento térmico: a) Tratamiento isotérmico en Zn, Sn y Bi, y b) tratamiento isotérmico en Al.

6.6 Tratamiento isotérmico en probetas de tensión, fatiga y corrosión

Este procedimiento consistió en solubilizar a 1050 °C durante 60 min, enseguida se realizó un tratamiento isotérmico en baño metálico de Sn a 550 °C por tiempos de 2, 10 y 30 h de permanencia y finalmente enfriar al aire tranquilo.

6.7 Tratamiento térmico de recocido en baño metálico en estaño.

Se realizó tratamiento de recocido a distintos tiempos de permanencia en el baño metálico de estaño, el tratamiento consistió en solubilizar en el campo monofásico de β a 1050 °C durante 1, 3.35 y 4 horas de exposición del material en el estaño fundido, posteriormente se dejó enfriar al aire quieto.

6.8 Microdureza Norma ASTM E384

Finalmente se realizó una serie de diez mediciones de dureza con las muestras de 12.5 mm de diámetro y 3 mm de espesor, tratadas térmicamente, empleando un durómetro marca Wilson modelo 1102 de acuerdo el estándar ASTM E384, en escala Vickers con una carga de 200 y 500 gramos. [22]

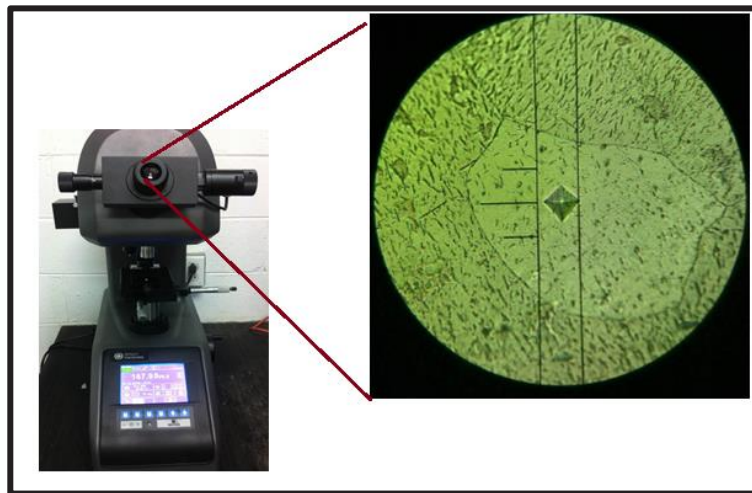


Figura 13. Durómetro Wilson modelo 1102.

6.9 Preparación de probetas para caracterización en MEB

Después de pulir a espejo las probetas y ataque químico, serán limpiadas por vibración ultrasónica, de la siguiente manera:

Primera limpieza: en un recipiente con acetona dentro del vibrador ultrasónico por 15 minutos

Segunda limpieza: en un recipiente con alcohol isopropílico por 15 minutos.

La manipulación de las probetas fue con pinzas limpias y guantes de nitrilo, las probetas fueron secadas con aire caliente y almacenadas en recipientes plásticos herméticos con silica gel, cuidando que no tenga contaminación de aceites o bien de algodón.

6.10 Ensayo de tensión

Se realizó prueba de tensión basado en el estándar ASTM E-8 [23] utilizando una máquina de ensayos universales marca Instron® de la serie 5-500 R con una capacidad de celda de carga de 100KN a una velocidad de cabezal constante de 1.0 mm/min, esto con el objetivo de obtener las propiedades mecánicas en especial el esfuerzo de fluencia σ_0 ya que con este dato se realizarán los cálculos convenientes para determinar la carga en la máquina de flexión en viga rotativa para la aleación de Titanio. Las pruebas se realizarán a muestras con estructura de fabricación.



Figura 14. Máquina de ensayos universales marca Instron® de la serie 5-500 R.

6.11 Ensayo de fatiga

Para las pruebas de fatiga en viga rotativa se utilizó el equipo ilustrado en la figura 15 y bajo el estándar ASTM E606. [24]

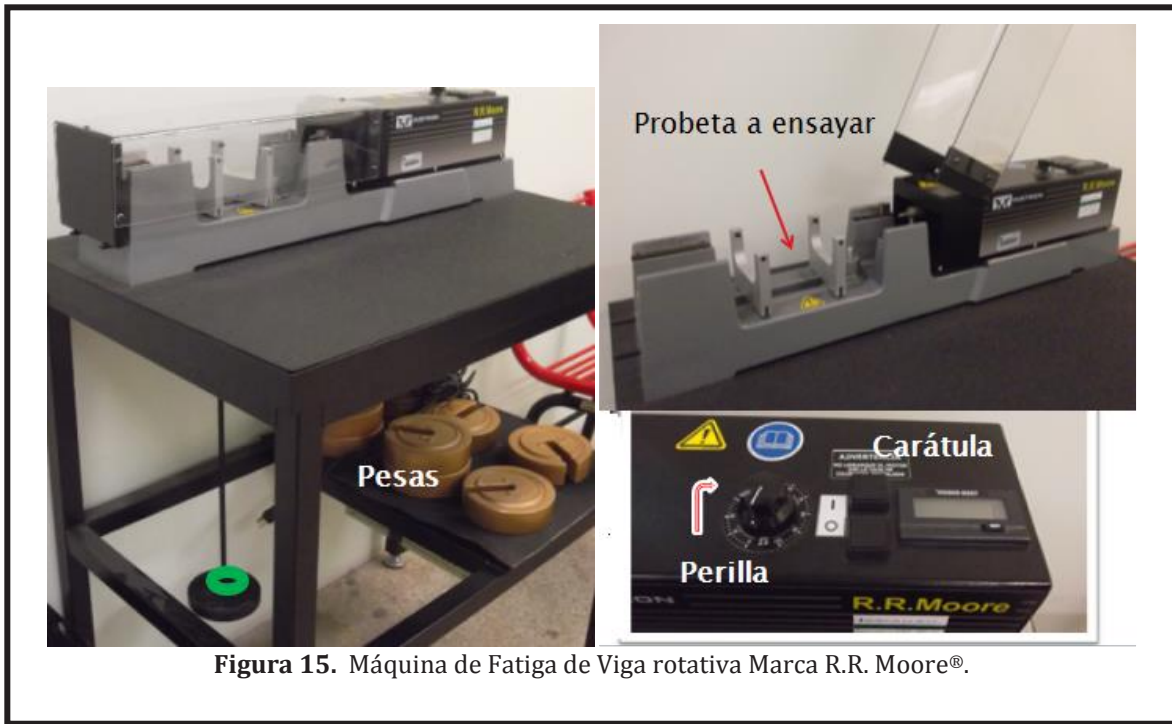


Figura 15. Máquina de Fatiga de Viga rotativa Marca R.R. Moore®.

Este equipo cuenta con sus cilindros desmontables los cuales son en donde se colocan las probetas, además tiene un arnés de carga y la balanza para dar la carga adecuada a las probetas, se pueden colocar suficientes pesas móviles con la máquina para proporcionar una carga total de 101 Libras (46 kilos), también tiene una carátula la cual registra el número de ciclos y además tiene una perilla que va del 10 al 50 la cual da un número de vueltas dependiendo a la que se encuentre la máquina a un tiempo determinado, por lo cual será necesario que se realice una calibración previa a los ensayos.

Una vez calibrado el equipo y de realizar los cálculos de carga bajo las condiciones a las cuales se ensayaran las muestras de fatiga en viga rotativa. Primero se monta la muestra en los cojinetes de la máquina y después se colocan las pesas hasta obtener la carga resultante del cálculo de 12 kg y se posiciona la perilla a una frecuencia 30. Para estimar la variabilidad y distribución estadística de la vida a fatiga se realizaran pruebas replicas con el objetivo de estimar la resistencia a la fatiga.

6.12 Ensayo de impacto Charpy V

Las probetas de impacto fueron maquinadas de acuerdo al estándar ASTM E-23 [25]. Las probetas son de sección rectangular con 8 mm de espesor, 10 mm de ancho, 55 mm de largo en V a 45°. Las pruebas de impacto se realizaron sobre el titanio recocido a la temperatura de 650°C por diferentes tiempos de 1,3 y 4 horas de tratamiento y tomando una muestra como testigo con estructura de fabricación, se realizaron mediante una máquina de impacto Tinius Tolsen MP 1/1 con capacidad de energía absorbida de 264 J, a temperatura de 25°C y por triplicado para cada condición de tratamiento de recocido.

6.13 Sistema de Referencia

Primero se preparan metalográficamente las probetas y enseguida se colocan en el durómetro mostrado en la figura 13. El sistema de referencia consta de cuatro cuadrantes y se colocó en la zona de trabajo del titanio aleado aplicando una carga de 500 g.

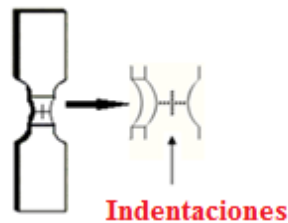


Figura 16. Sistema de referencia sobre la probeta de titanio F136.

6.14 Prueba de tensión uniaxial

Las pruebas de tensión de las probetas de titanio son pequeñas laminillas cortadas a (0°, 45° y 90°) respecto a la dirección de laminación. Ver figura 7. Los ensayos se efectuaron mediante una máquina de tensión SATEC Systems, Inc, con capacidad de carga de 180 KN, bajo control de desplazamiento a una velocidad de deformación de 1mm/mm. De las curvas esfuerzo-deformación real se obtuvieron las propiedades mecánicas tales como esfuerzo de cedencia, esfuerzo máximo, % de deformación y energía de activación.

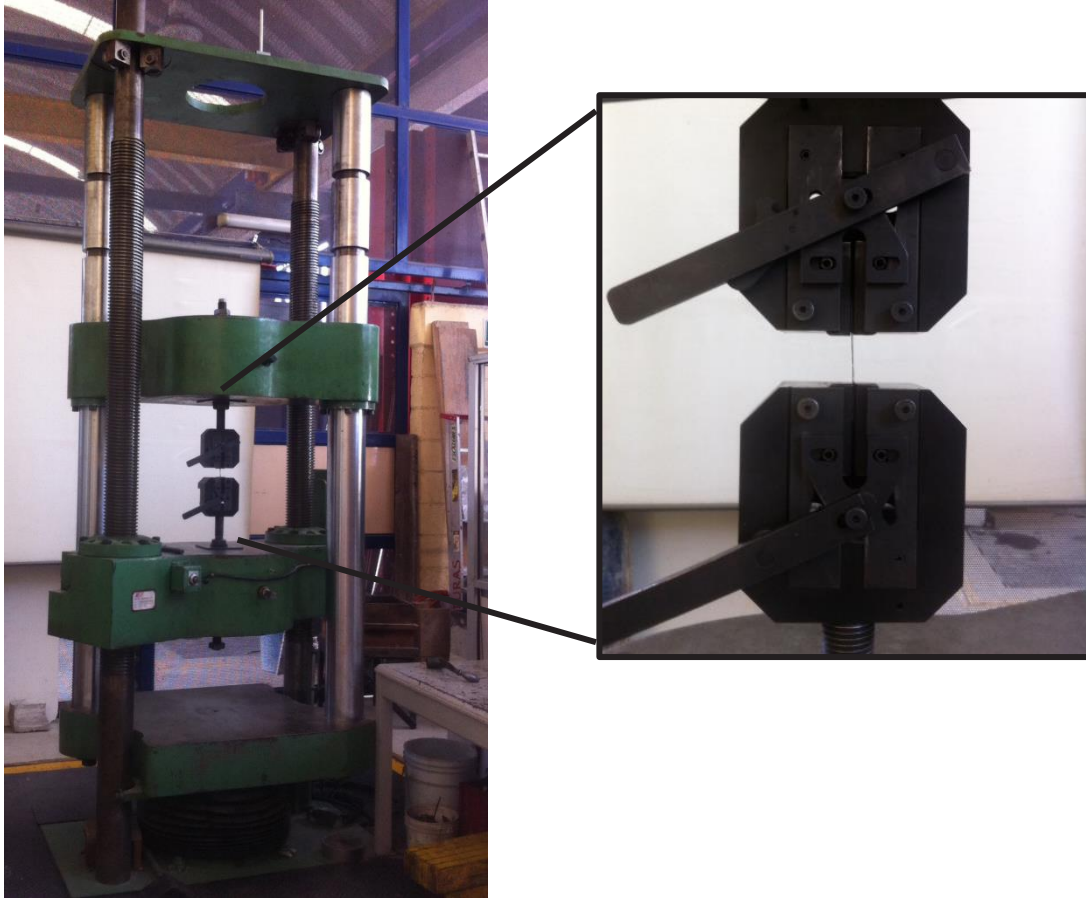


Figura 17. Máquina Universal de ensayos mecánicos SATEC Systems.

6.15 Procedimiento para armar la celda.

1. Descripción de la celda: esta consiste de 4 tornillos largos que atraviesan a las dos bases de acrílico. Estas bases son la parte inferior y superior, los tornillos llevan sus respectivas tuercas y rondanas.
2. Se coloca entre las dos bases el cilindro de acrílico que tiene en la base un empaque para hacer el perfecto sellado de la celda.
3. Se hacen pasar los tornillos por los cuatro agujeros de las orillas y se aprietan con las tuercas respectivas, no olvide las rondanas que van por fuera de la celda.
4. Es deseable que las tuercas queden por arriba de la celda, la parte de arriba es identificable porque tiene dos o tres agujeros.

6.16 Pruebas de resistencia a la polarización.

1. Una vez armada la celda se procedió a llenar con solución electrolítica preparada a concentración pH 7.51 a temperatura ambiente en el cilindro de acrílico con una jeringa sin llenar por completo.
2. Por la parte de arriba de la celda se colocó el electrodo de referencia de Ag-AgCl y en el agujero más pequeño va el contraelectrodo, el cual fue un alambre de platino.
3. Posteriormente se conectó al potenciostato el electrodo de referencia y el contraelectrodo que están por arriba de la celda. Esto puede ser con un “cangrejo” que literalmente “muerda” o aprisione a cada uno.
4. Enseguida al electrodo de trabajo que es una placa rectangular que tiene una parte saliente se le colocó otro cangrejo que haga contacto eléctrico y que en el potenciostato pertenece al cable precisamente de electrodo de trabajo.
5. Finalmente se llevó a cabo la prueba variando el voltaje aplicado hacia la dirección de la oxidación.

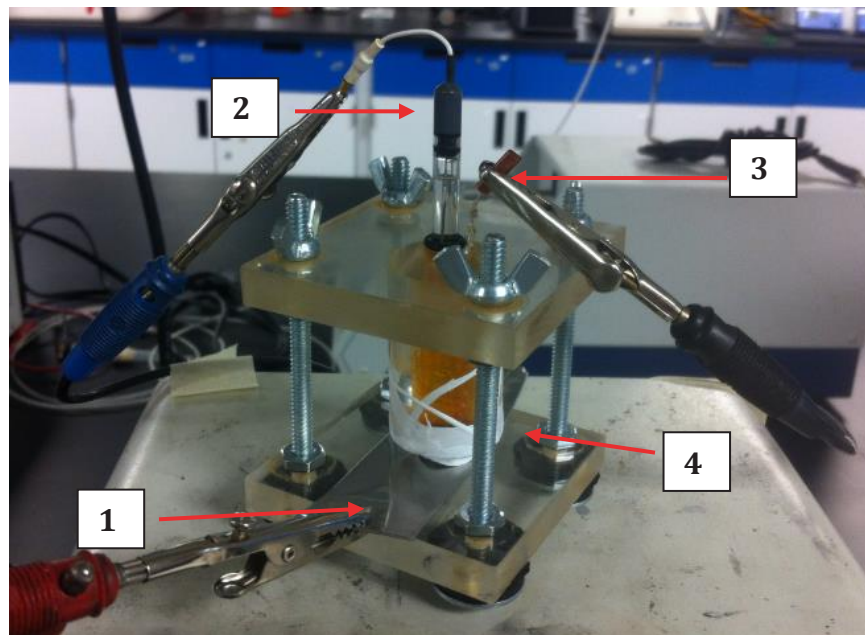


Figura 18. Fotografía del montaje de la celda para pruebas de corrosión. (1) electrodo de trabajo (muestra). (2) electrodo de referencia Ag/AgCl, (3) contraelectrodo de platino, (4) recipiente contenedor de la solución salina.

6.17 Medición del PH de solución salina.

Se determinó el PH de la solución salina de Hank's primero a temperatura de 25°C y después a temperatura de 37°C con un Ph Metro Mettler Toledo Digital. Para realizar una correcta medición, primero se realizó la calibración del equipo, obteniendo una pendiente de 94.2% ($-55.73 \text{ mV} / \text{pH}$), una desviación de (-3.3 mV) y un pH de 7.0. A temperatura de 25°C se obtuvo un pH de 7.513 y a 37°C 7.418, por lo cual corresponde al estándar del cuerpo humano.



Figura 19. Medición de PH de la solución salina.

7. RESULTADOS

7.1 CONTROL MICROESTRUCTURAL Y DUREZA POR TRATAMIENTO TÉRMICO.

Resumen

El objetivo principal es evaluar el efecto de los tratamientos térmicos secuenciales de solubilizado, temple e isotérmico en diferentes baños metálicos sobre la evolución microestructural y la dureza Vickers de la aleación de titanio en barra.

Diferentes tratamientos térmicos se realizaron en la aleación base titanio utilizando como medio de calentamiento y enfriamiento baños metálicos. Como primer paso, se realizó un envejecimiento dúplex (ED) el cual consistió en solubilizar seguido de un enfriamiento a temperatura ambiente, después se aplicó el tratamiento térmico de envejecimiento en diferentes baños metálicos (Zn, Sn, Bi y Al). Un segundo procedimiento fue el tratamiento isotérmico (TTI) que consistió en solubilización y enfriamiento directo dentro de los diferentes cuatro baños mencionados anteriormente. Las variaciones microestructurales comienzan desde media hora hasta 30 h a 550°C dentro de los baños de Zn, Sn, Bi y Al. Ambos tipos de tratamiento promovieron una variación microestructural y valores de microdureza. El análisis microestructural por microscopía óptica mostró un refinamiento estructural después del tratamiento con TTI. El mayor valor de dureza 375 HVN se logró en el TTI en baño de Zn a un tiempo de 4 h, se encontró que dependía del refinado en fase laminar α . Además, después del tratamiento con TTI durante 0,5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 h a 550°C en el baño metálico de Zn y Sn, los resultados indicaron valores de dureza similares en diferentes tiempos, dando como resultado la cinética más rápida para Sn a 2 h en comparación con las 4h en baño metálico Zn.

Análisis microestructural

Microestructura inicial

La figura 20 muestra la microestructura inicial de la aleación de Titanio utilizada en esta investigación. La microestructura se compone de una mezcla de fases α y β . La morfología de la fase α es laminar (blanco) y entre las laminillas de α existen áreas oscuras delgadas correspondientes a la fase β [26].

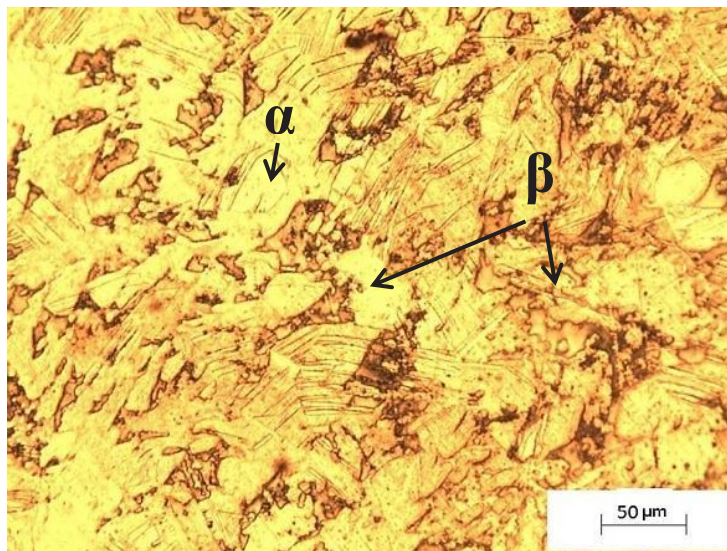


Figura 20. Micrografía de la microestructura inicial del sistema Ti

Microestructuras del envejecido convencional

Las microestructuras después de los tratamientos de temple con enfriamiento rápido usando como medios de enfriamiento agua, aceite y envejecido convencional en mufla se muestran en figura 21. Se obtuvo una microestructura tipo laminar de fase α con presencia de fase β . Las muestras templadas tanto en agua como en aceite mostraron morfología similar de laminillas Widmanstätten de fase α ; sin embargo se obtuvo mayor dureza realizando temple en agua.

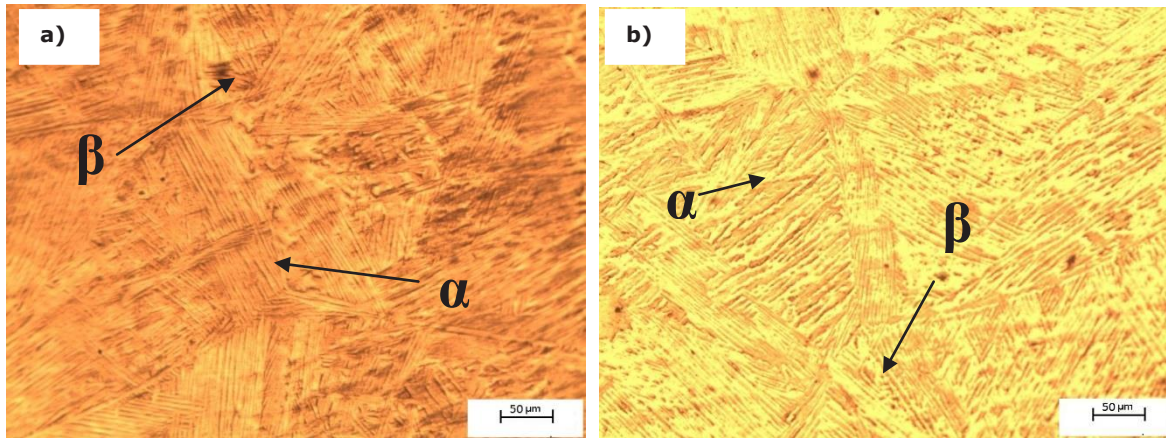


Figura 21. Micrografías de la aleación envejecida convencionalmente mostrando morfología de laminillas Widmanstätten a) 1050 °C/1 h/agua + 550 °C/30 min y b) 1050°C/1h/Aceite+550°C/30 min

Microestructuras del envejecido dúplex

De las microestructuras observadas en figura 22, se encontraron cambios estructurales en la morfología de la aleación de titanio templada en aceite y envejecida. Después del envejecido en aluminio, la estructura contiene una matriz de granos blancos grandes de α con tamaño promedio de 120 μm , conteniendo la fase β (zonas oscuras) y agujas finas de α , de las cuales algunas se intersectan [26], ver figura 22a).

Después del envejecido en baño metálico en zinc, la estructura muestra una morfología acicular de fase α , con presencia de β (zonas oscuras) esta microestructura se produjo por enfriamiento rápido en aceite desde el campo monofásico β ocurriendo de esta manera una transformación masiva o martensítica con morfología tipo acicular. Ver figura 22b).

La figura 22c) muestra la microestructura obtenida después del envejecido en bismuto la cual consiste en una matriz de β y placas Widmanstätten de α , nucleando esta misma fase α en forma de precipitados en los límites de grano.

Después del envejecido en estaño, la estructura contiene una matriz de β y límites de grano de fase α , en el interior de los granos se observan laminillas Widmanstätten de α con una determinada orientación preferencial. Cada paquete de laminillas que crece con la misma orientación (paralelas entre sí) es llamado colonias de α .

El crecimiento de los paquetes de laminillas de α continua hacia el interior del grano hasta encontrarse con otras colonias que crecieron con una orientación diferente. Las laminillas individuales de α dentro de cada colonia están separadas por una matriz de β [26].

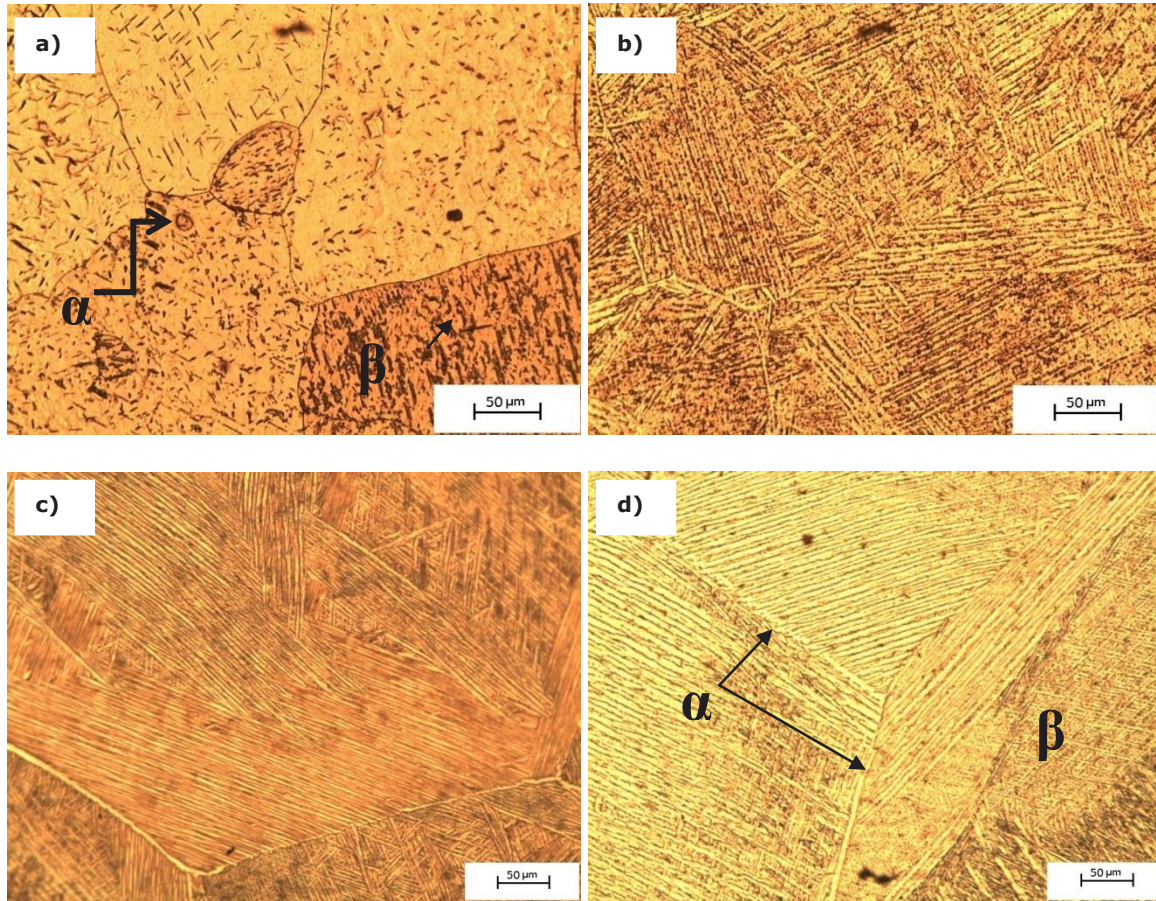


Figura 22. Micrografías de la aleación con envejecido dúplex mostrando los precipitados de α con distinta morfología y laminillas Widmanstätten a 1050 °C/1h/aceite/550°C/30 min en distintos baños metálicos: a) aluminio a 760 °C, b) zinc a 550 °C, (c) bismuto a 550 °C y d) estaño a 550 °C.

Microestructuras del Tratamiento Isotérmico

En las micrografías observadas en figura 23, se pueden apreciar las microestructuras generadas en el sistema de aleación de titanio templado al aire y calentado a 550°C por 30 min. Para el tratamiento en mufla se muestra una morfología laminar gruesa de la fase α dispuesta en los límites de grano y presencia de β ver figura 23a).

La figura 23b) muestra la microestructura de la probeta que fue expuesta en el baño metálico de aluminio produciendo un cambio en la morfología de la fase α dentro de granos α debido a que este tratamiento se realizó a temperatura mayor a 760 °C, las zonas oscuras también corresponden a la fase α ya que al parecer estas zonas siguen siendo granos α solo que con diferente orientación cristalográfica, sin embargo también se tiene presencia de la fase β .

Después del tratamiento en baño de zinc a 550°C por 30 min, se obtuvo una microestructura tipo Widmanstätten generada a partir de un enfriamiento continuo desde el campo monofásico β y hasta el campo bifásico $\alpha + \beta$, la fase α nuclea en los límites de grano de β . Dentro de los granos se observan laminillas de α las cuales crecen hacia el interior del grano con morfología de la laminillas paralelas las cuales se cruzan dentro de un mismo grano. Ver figura 23c).

La microestructura observada en la figura 23d) se obtuvo a partir del temple interrumpido en baño metálico de bismuto a 550°C por 30 min, en la cual se puede observar la misma morfología microestructural comparada con la figura 23c); sin embargo en este caso particular se puede observar un cambio en la morfología de las laminillas conformadas por α y β , particularmente en el grano central se muestran laminillas de distinto grosor y algunos entrecruzamientos.

La figura 23e) Muestra la microestructura derivada del temple interrumpido en baño metálico en estaño a 550°C por 30 min, se obtuvo una microestructura tipo Widmanstätten, con los mismos rasgos y características morfológicas analizados para las figuras 23c) y 23d); sin embargo, en este caso se observa un entrecruzamiento muy fuerte entre las laminillas y aumento de grosor de dichas laminillas producidas por efecto del tratamiento térmico en estaño.

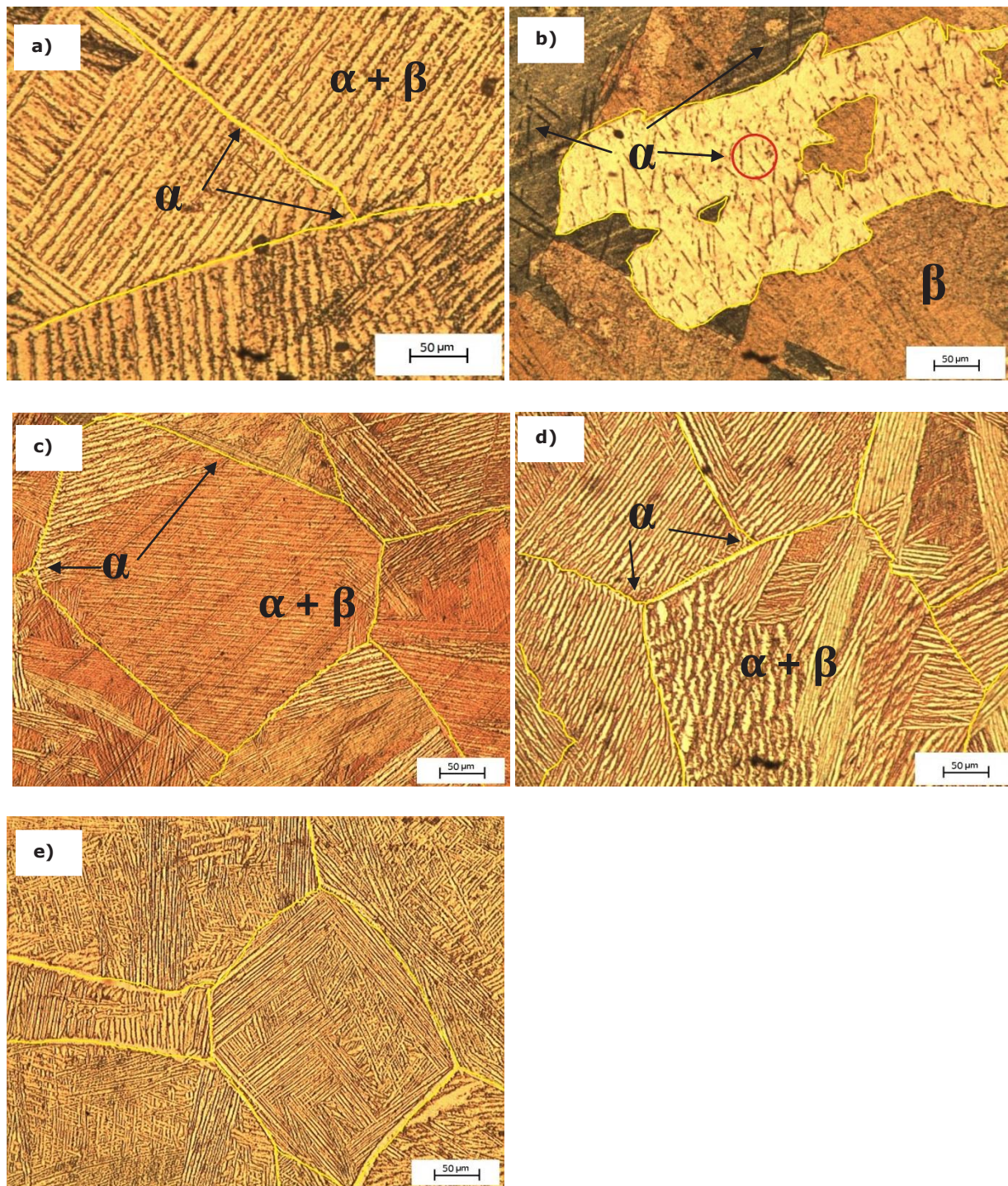


Figura 23. Micrografías de la aleación con tratamiento isotérmico a 1050°C/1h/550°C/30 min en a) horno y en baños metálicos: b) aluminio 760 °C, c) zinc 550°C, d) bismuto 550°C y e) estaño 550°C.

Microestructuras del tratamiento isotérmico en Zinc

Después del temple interrumpido en baño metálico en zinc a 550°C a tiempos de 1, 2, 3, 4, 10 y 30 horas de tratamiento térmico isotérmico se obtuvieron las microestructuras mostradas en la figura 24.

La figura 24a) muestra la microestructura obtenida del calentamiento a 550°C en baño metálico en Zinc por un tiempo de 1 hora de tratamiento térmico en la cual se observa una microestructura con morfología de placas tipo Widmanstätten las cuales están agrupadas en colonias delimitadas por los límites de grano de la fase α' , dichas colonias muestran algunos entrecruzamientos aleatorios dentro de los granos, siendo estos en tamaño muy irregulares, la fase β corresponde a las zonas oscuras envolviendo las laminillas de α .

Después de realizar el calentamiento a 550°C en zinc por un tiempo de 2 horas figura 24b) y 3 horas figura 24c) se observa misma morfología descrita en figura anterior, solo que se observa ligeramente un refinamiento de dichas laminillas debido al tiempo de tratamiento térmico[4].

A las 4 horas de tratamiento en zinc se puede observar en la figura 24d) que ya no se notan los granos, únicamente se aprecian las laminillas compuestas de α con una matriz de β en esta micrografía se observa que dichas laminillas se entrecruzan entre sí formando ángulos de 45° aproximadamente, además es muy notorio el engrosamiento de estas.

La figura 24e) muestra la microestructura derivada del tratamiento isotérmico por un tiempo de 10 horas de exposición del titanio aleado en zinc, en la cual se aprecia un crecimiento de grano y engrosamiento de las laminillas α asociado con el tiempo de tratamiento, se observan colonias de laminillas con una orientación preferencial muy simétrica ya que es casi nulo el entrecruzamiento entre laminillas. En el punto triple se aprecia la perpendicularidad entre los granos.

Figura 24f) Después de 30 horas de tratamiento en zinc a 550°C se observó una microestructura de laminillas donde la distancia interlaminar se ve reducida y de igual manera el grosor de las laminillas α , sin embargo hay un crecimiento de tamaño de grano. La microestructura está compuesta por una matriz de fase β , fase α en los límites de grano y laminillas que fueron creciendo hacia el interior del grano.

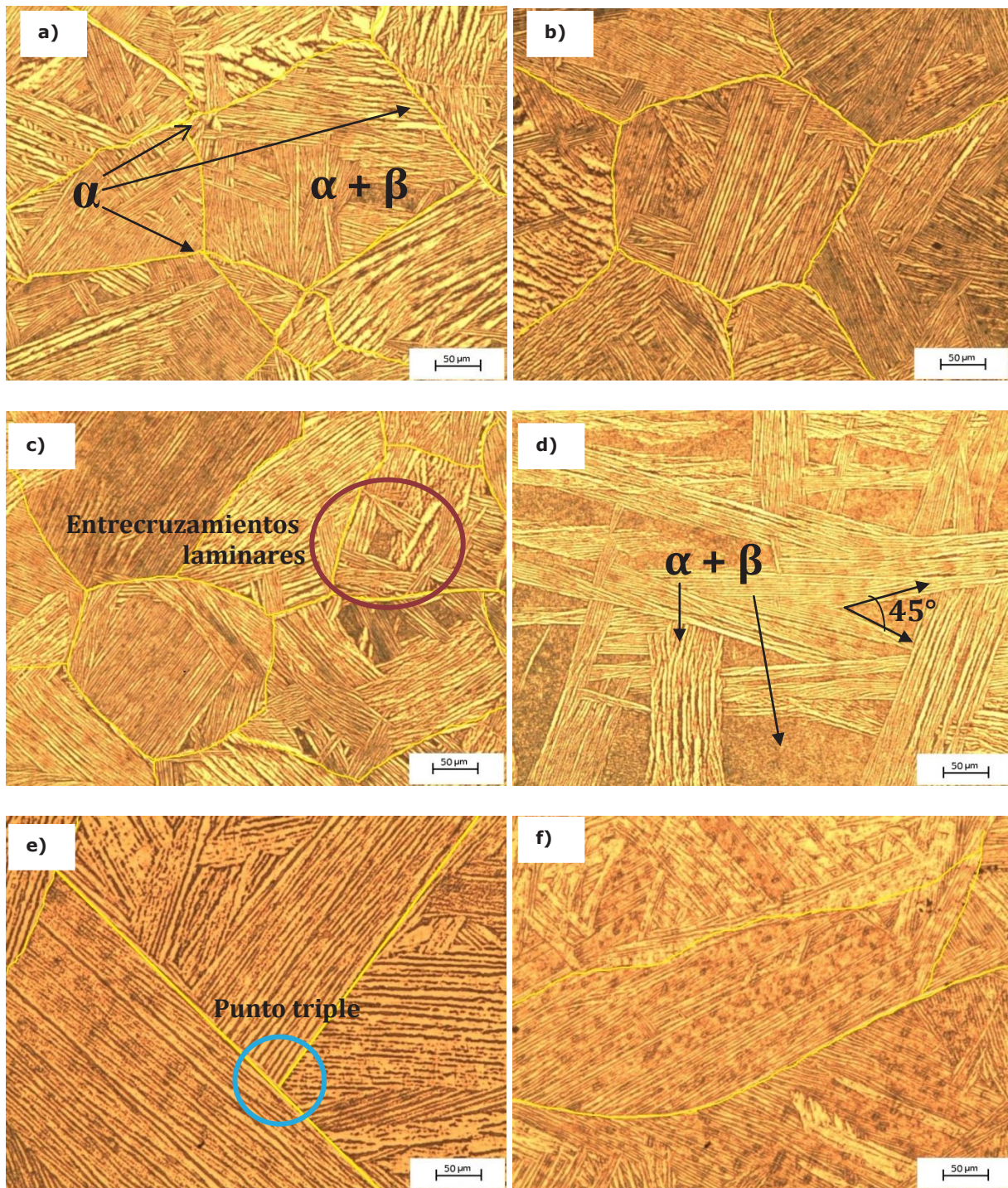


Figura 24. Micrografías de la aleación con tratamiento isotérmico en Zn a tiempos de a) 1h, b) 2h, c) 3h, d) 4h, e) 10h y f) 30h. Microestructuras conteniendo fase α y una matriz β oscura con agujas de α .

Microestructuras del tratamiento isotérmico en Estaño

La figura 25 muestra la evolución microestructural del sistema de aleación de titanio formado de la mezcla de fases $\alpha + \beta$. Tanto la fase α se encuentra en el límite de grano, como en las laminillas y las zonas oscuras corresponden a la fase β . Además se observó que al incrementar el tiempo de tratamiento isotérmico, va aumentando el tamaño de grano desde 349 μm con una hora de tratamiento hasta 609 μm a 30 horas de tratamiento.

La figura 25a) muestra una microestructura obtenida a 1 hora a 550°C de tratamiento en estaño con morfología tipo Widmanstätten compuesta de las fases $\alpha + \beta$. La morfología de las laminillas no es homogénea ya que se observan algunas regiones dentro de los granos algunas discontinuidades de estas, viéndose únicamente como puntos o laminillas aisladas entre sí.

Después de 2 horas de tratamiento en el estaño a 550°C se observa que las laminillas de fase α que se encontraban aisladas comienzan a interconectarse entre sí obteniendo de esta manera una mayor homogeneidad de la microestructura. Por otra parte se logra apreciar una mayor distancia interlaminar y entrecruzamientos entre dichas laminillas.

La figura 25c) muestra la microestructura derivada del tratamiento a 3 horas a 550°C en el baño metálico de estaño a 550°C y se puede observar una homogeneidad en el tamaño de grano así como también en la continuidad de las laminillas α , en la región superior izquierda se aprecian laminillas más gruesas comparadas con las de los granos interiores. La figura 25d) se observa de igual manera estructura tipo Widmanstätten, donde las laminillas pertenecientes a una colonia se encuentran separadas por una matriz de β .

La figura 25e) es el resultado de la microestructura obtenida después de 10 horas de tratamiento isotérmico a 550°C en el baño de estaño en el cual se observa de manera muy clara los paquetes o colonias de laminillas α con cierta orientación preferencial delimitadas por α . Se nota un crecimiento de grano y un incremento en la distancia interlaminar causado por el tiempo tan prolongado de calentamiento. Por otra parte la figura 25f) muestra entrecruzamientos de laminillas dentro de una misma colonia o paquete de éstas, aumentando más su grosor, así como su distancia interlaminar, acompañada de un crecimiento de grano.

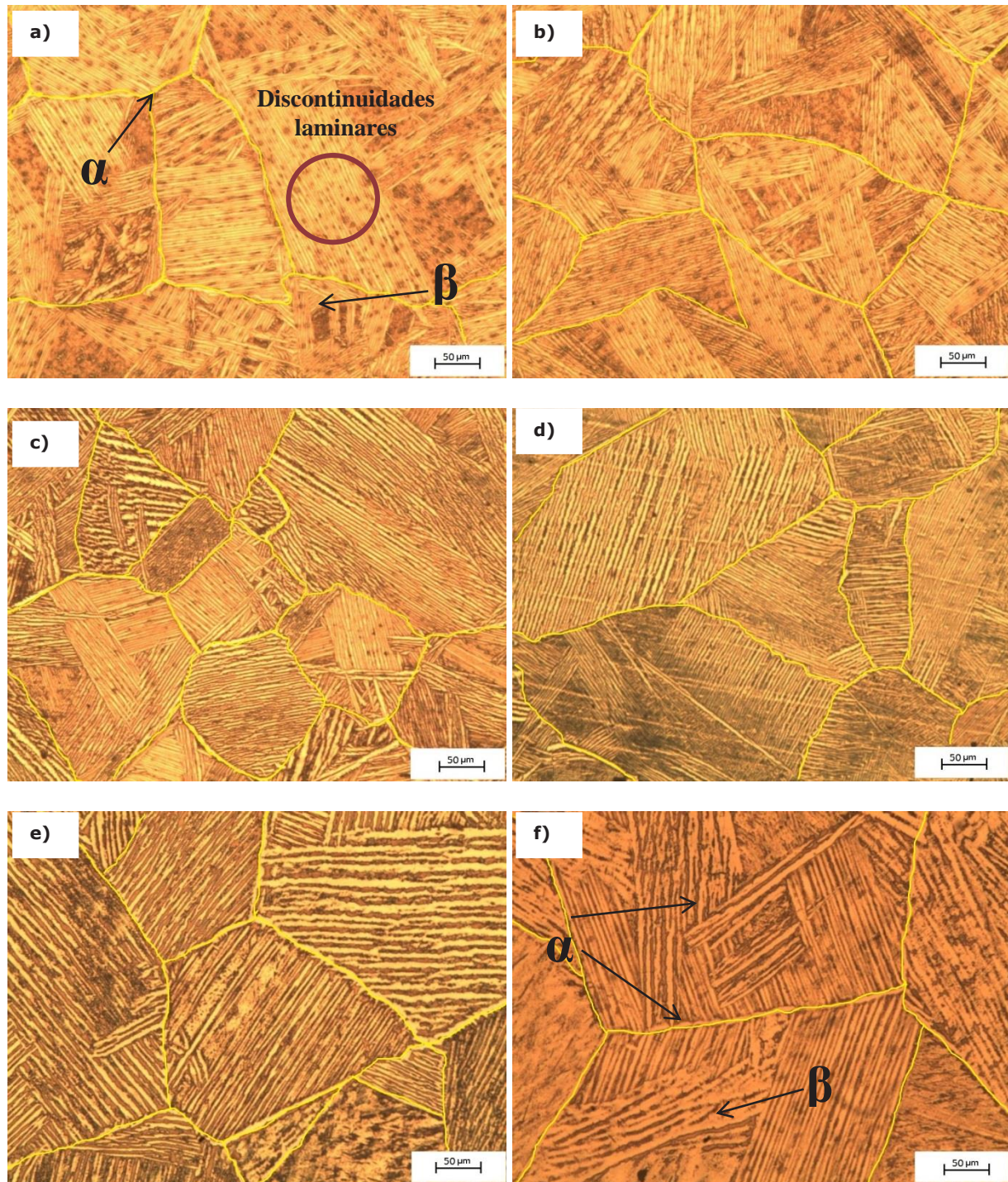


Figura 25. Micrografías de la aleación con tratamiento isotérmico en Sn a tiempos de a) 1h, b) 2h, c) 3h, d) 4h, e) 10h y f) 30h. Tanto los límites de grano, como las laminillas corresponden a α , en una matriz de β .

Microestructuras de Recocido

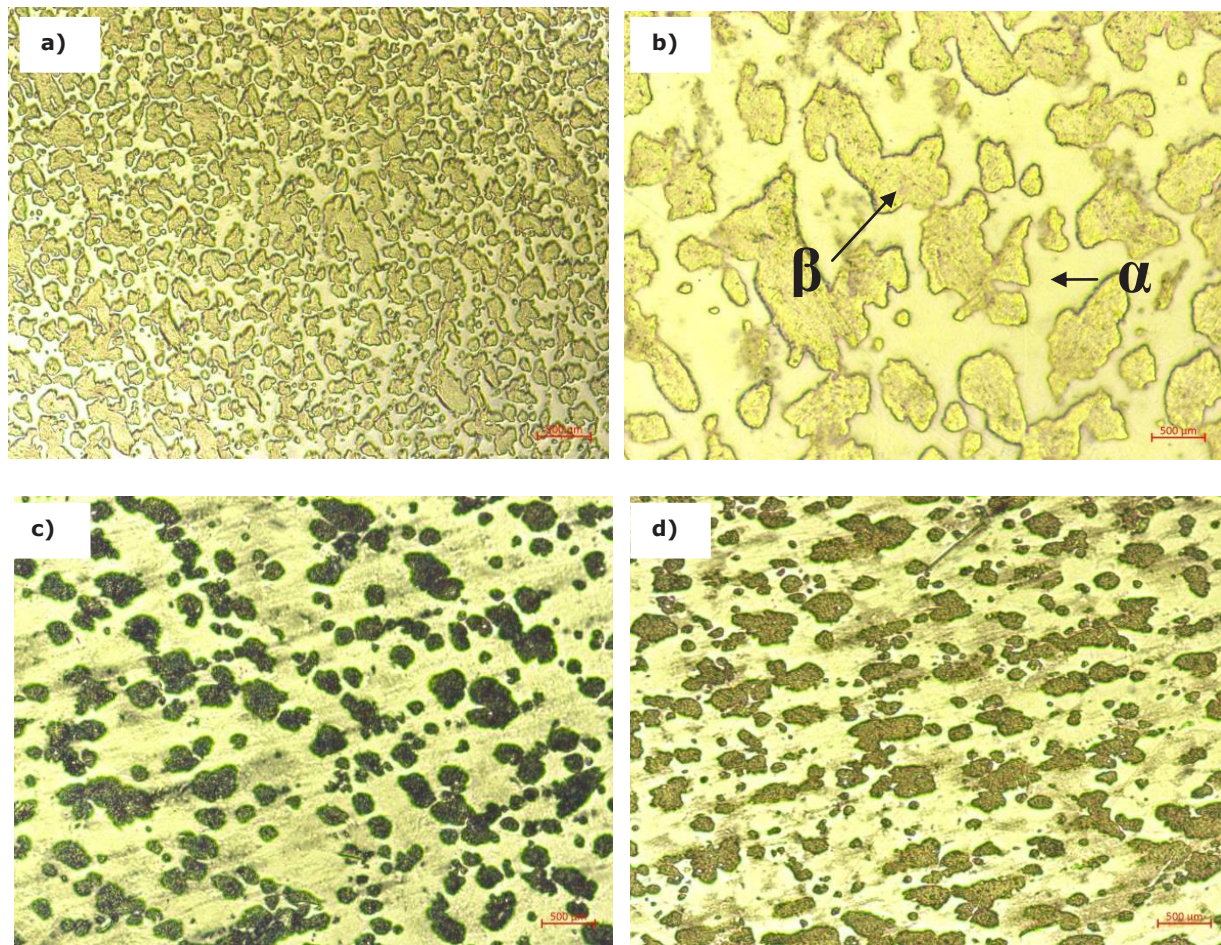


Figura 26. Micrográficas de la aleación de titanio con tratamiento de recocido a distintos tiempos a y b) 1 h, c) 3.15 h y d) 4 h.

Después de realizar el tratamiento de recocido dentro del baño metálico en estaño a una temperatura correspondiente al campo de α ; a 650°C por un tiempo de 1 hora (figura 26a y b) se obtuvo una microestructura equiaxial formada por granos de α y β . La fase β rodea los granos de α y dentro de ellos no se observa presencia de otra fase. Después del tratamiento a un tiempo de 3.15 h (figura 26 c) se puede observar dispersión de la fase α ; es decir se observa crecimiento térmico de α . En la figura 26d) se obtuvo una microestructura de tipo equiaxial después de 4 horas de recocido en la que se observa cambios en la morfología de la fase α , ya que se nota como se interconectan los granos entre sí, obteniendo granos más alargados y asimétricos.

Construcción de curvas de Dureza Vs TTT.

De acuerdo con los resultados obtenidos en los baños de estaño y zinc a distintos tiempos de tratamiento isotérmico se midió la dureza del material en escala de HV0.2 Kgf y se graficó contra el tiempo de tratamiento para determinar las condiciones de tratamiento a las que serán sometidas las probetas evaluadas en fatiga y corrosión.

La figura 27 muestra la evolución microestructural y de microdureza en función del tiempo de tratamiento isotérmico. En la gráfica se observa que se alcanzó la mayor dureza a un tiempo de 4 h 374.6 HVN debido a un refinamiento de las placas Widmanstätten con la menor distancia interlamilar de $7.71\ \mu m$ y la menor dureza a un tiempo de 0.5 h de tratamiento con un valor de 307.3 HVN, debido a que este tiempo se obtuvo una microestructura con placas muy gruesas y entrecruzadas entre sí.

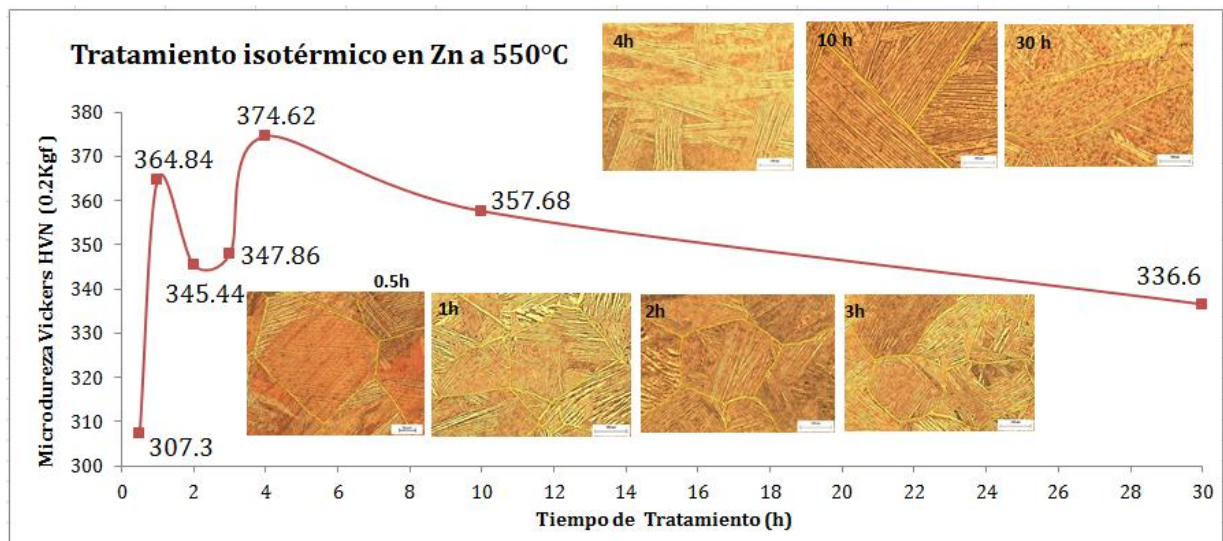


Figura 27. Curva de tratamiento isotérmico a 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 horas en baño metálico en Zn.

La figura 28 muestra la gráfica de microdureza contra el tiempo de tratamiento isotérmico en la cual se observa los cambios microestructurales de la aleación de titanio, a primera instancia se puede observar que al aumentar el tiempo de tratamiento; incrementa el tamaño de grano de 320 a $810\ \mu m$. La mayor dureza para este caso se alcanzó a un tiempo de 2 h con 374.17 HVN atribuido a un refinamiento de las placas de la fase α por otro lado la menor dureza se obtuvo a 0.5 h de tratamiento en este caso se observa un entrecruzamiento muy fuerte entre las laminillas y aumento de grosor de dichas laminillas producidas por efecto del tiempo muy corto de calentamiento.

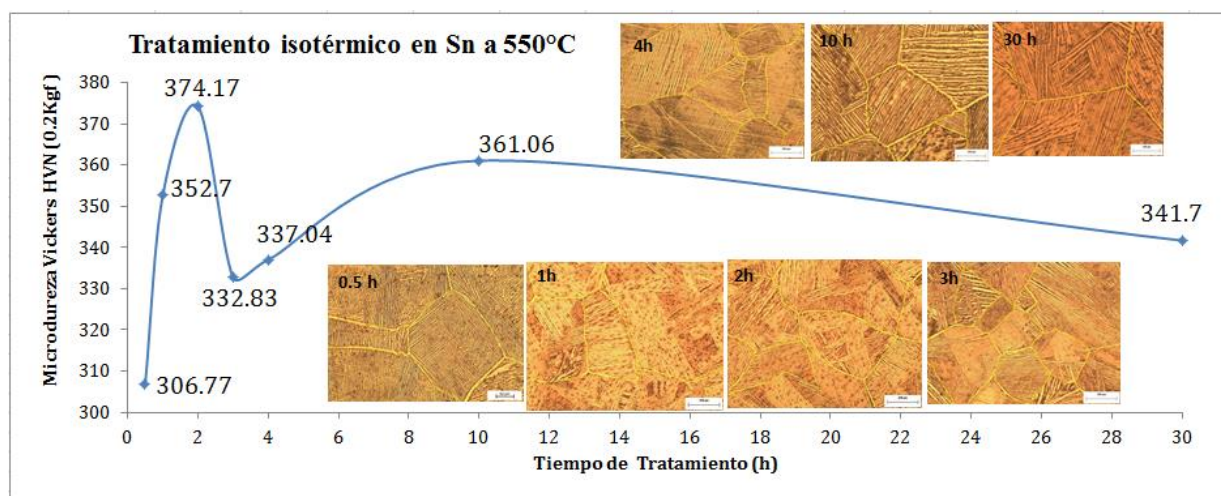


Figura 28. Curva de tratamiento isotérmico a 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 horas en baño metálico en Sn.

En la figura 29 se ilustra que con el tratamiento isotérmico efectuado dentro del estaño se alcanzó valores de dureza Vickers más altos, comparados con el conjunto de muestras expuestas en baño de Zn.

También, se encontró en ambos casos dos picos de máximo de dureza, asociados directamente con la evolución microestructural del sistema de aleación de Titanio; es decir se fueron observando cambios en el grosor de las placas Widmanstätten y en algunos casos el entrecruzamiento entre ellas dentro de los granos es mayor. De manera particular para el caso del zinc a los tiempos de 2 y 3 h de tratamiento isotérmico el entrecruzamiento entre las laminillas es mayor comparándolos con los dos picos de mayor dureza; es decir, 1 y 4 h. Por otro lado en el caso de las muestras expuestas en estaño los picos máximos de dureza se encuentran a los tiempos de 2 y 10 h, el decremento de dureza se encuentra a los tiempos de 3 y 4 h.

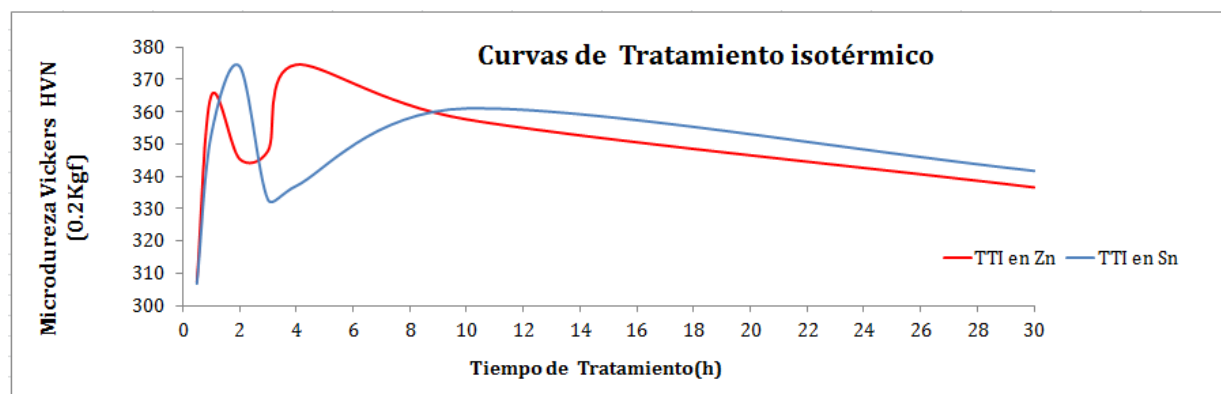


Figura 29. Dureza Vickers obtenida del tratamiento isotérmico a tiempos de 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 h en baños de Zn y Sn.

Comparando ambos baños metálicos, se encontró que 2h en Sn generan un valor similar de micro-dureza con 4 h de tratamiento isotérmico en Zn. Por lo tanto se considera mejor el uso del baño metálico en estaño ya que la cinética del titanio de transformación microestructural es mayor en el estaño comparado con el baño metálico de Zinc.

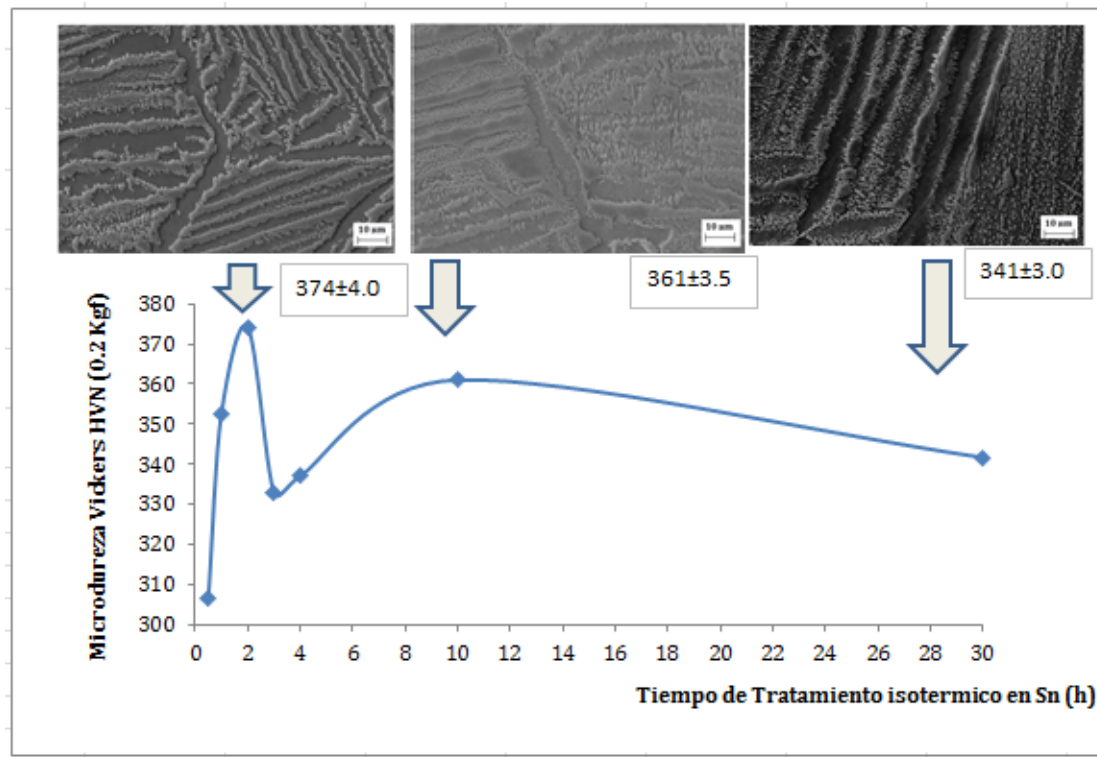


Figura 30. Curva de tratamiento isotérmico a tiempos de 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 horas en baño metálico de Sn a 550°C.

Finalmente se realizó un análisis microestructural con la técnica en MEB para determinar las condiciones a las que fueron sometidas las probetas evaluadas en fatiga y corrosión (Figura 30). Los tiempos de tratamiento isotérmico escogidos fueron los dos picos de máxima dureza; es decir, 2, 10h y decremento de dureza a 30h.

Dureza Vickers

Microdureza de envejecido dúplex

En la primera etapa del tratamiento térmico se utilizaron dos medios de enfriamiento: agua y aceite, se alcanzó la mayor dureza en la muestra que fue enfriada en agua y posteriormente se le realizó el envejecido convencional alcanzando una dureza de 349 HVN 0.2 Kgf debido a que el titanio endureció debido al refinamiento de las laminillas Widmanstätten. En la etapa dos de tratamiento con un conjunto de muestras adicionales, se optó por utilizar como medio de temple al aceite debido a que se buscaba que la fase β transformara por completo hacia α' y de esta manera endurecer el titanio, enseguida se realizó el envejecido en baños metálicos, obteniendo la mayor dureza de 377.53 HVN con la muestra expuesta dentro del baño de Bi debido a que presento una morfología laminar de la fase α muy fina, mientras que la menor microdureza de 273.06 HVN se generó con el baño de Zn, la cual presento un notable engrosamiento de las laminillas tipo Widmanstätten,

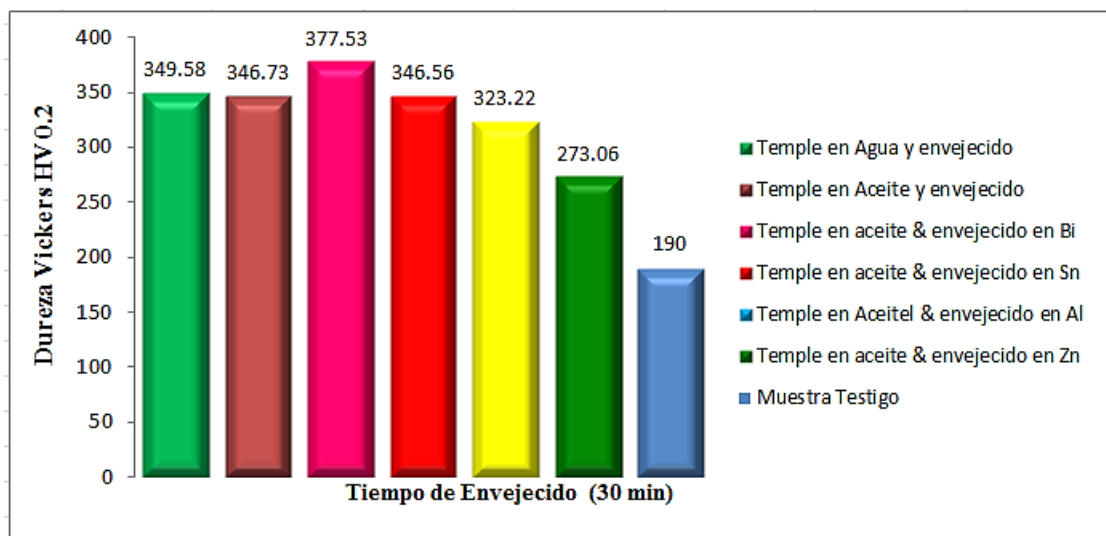


Figura 31. Influencia del envejecido dúplex sobre la dureza Vickers de la aleación de Titanio

La muestra que fue expuesta en el baño de estaño alcanzó una dureza de 346.56 HVN la cual es una dureza en una posición intermedia con una microestructura de colonias o paquetes de laminillas α con una orientación preferencial. El titanio expuesto en el aluminio presento una dureza de 323.22 HVN y la microestructura se obtuvo con distinta morfología de la fase α ; presentándose esta en forma de laminillas dentro de los granos de α . Por otra parte se presentó adherencia del aluminio en la superficie del titanio lo cual complica el manejo y cuidado de las probetas de titanio.

Microdureza de tratamiento isotérmico

De acuerdo con los resultados mostrados en figura 32 se alcanzó la mayor dureza Vickers con la muestra que fue tratada térmicamente dentro de la mufla alcanzando una dureza de 393.3 HVN debido a que se obtuvo una morfología laminar fina de la fase α y presencia de β , y la menor dureza después de exponer el material dentro del baño de Al con dureza de 298.8 HVN debido a que se realizó a 760 °C produciendo un cambio en la morfología de la fase α mostrándose como precipitados dentro de los granos en lugar del límite de grano como en el caso de las muestras que fueron expuestas en estaño, bismuto y zinc, correspondiendo microdurezas de 355.39HVN, 345.6 HVN y 303.45 HVN, debido a su morfología para todas ellas tipo Widmanstätten generada a partir de un enfriamiento continuo desde el campo monofásico β y hasta el campo bifásico $\alpha + \beta$, la fase α nuclea en los límites de grano.

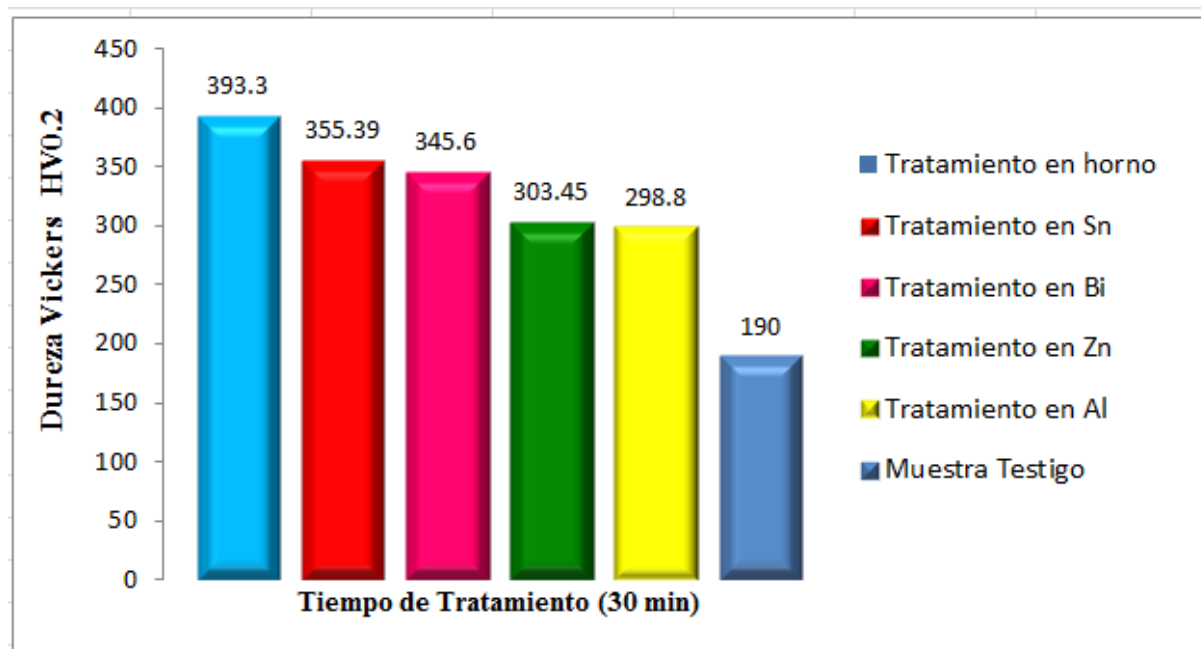


Figura 32. Influencia del tratamiento isotérmico sobre la dureza del Titanio.

Distancia interlaminar

Se realizaron mediciones de las distancias interlaminares con ayuda de un analizador de imágenes con el objetivo de cuantificar el crecimiento de las láminas Widmanstätten de la fase α que se produjeron por efecto del tratamiento isotérmico a distintos tiempos. A primera vista se puede observar que las muestras que fueron expuestas dentro del baño metálico en estaño presentaron un engrosamiento mayor comparándolas con aquellas que fueron envejecidas dentro del zinc; este comportamiento se presenta a partir de 4 horas de envejecido, ya que para los tiempos de 0.5, 1,2 y 3 h las placas α son más gruesas para aquellas muestras que fueron introducidas en el zinc [27].

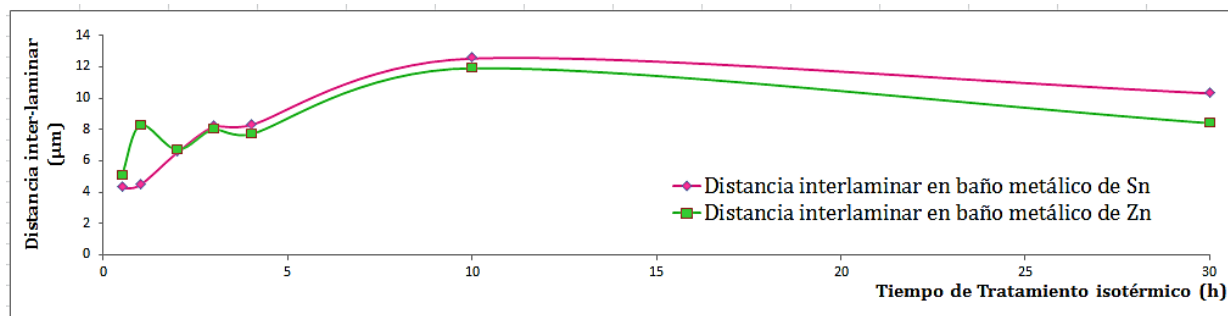


Figura 33. Distancia interlaminar en función del tiempo de tratamiento isotérmico.

Dichas mediciones cuantifican la presencia de la fase α presente en el titanio tratado térmicamente, lo cual genera valor tecnológico, pudiéndose usar para realizar estudios in vitro y determinar si las células osteoblástica prefieren proliferar sobre la fase α .

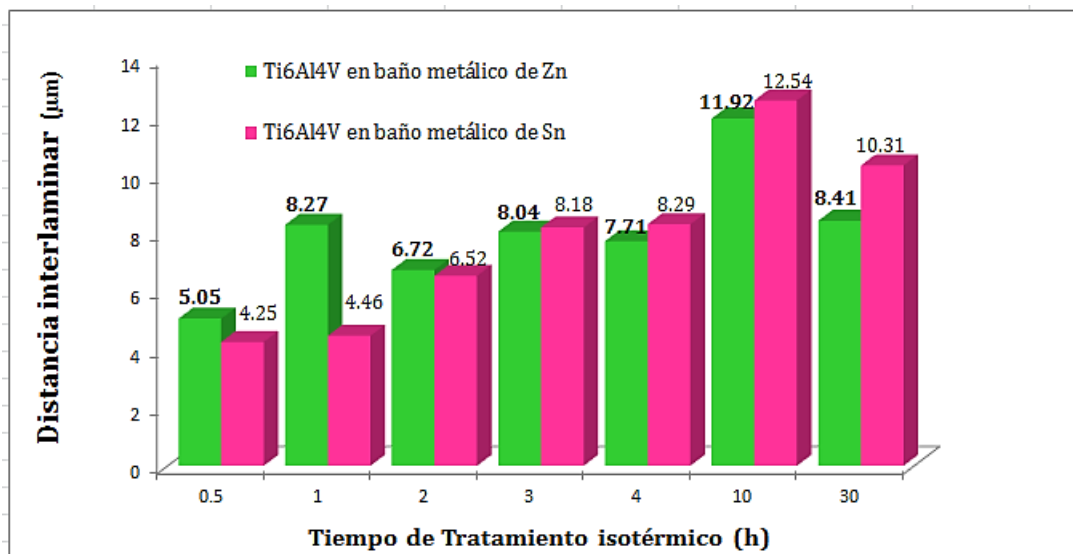


Figura 34. Influencia del tratamiento isotérmico sobre la distancia de placas Widmanstätten.

Tamaño de grano

De acuerdo con los resultados mostrados en la figura 35 se observa la variación del tamaño de grano en función del tiempo de tratamiento isotérmico, la exposición del material para ambos baños metálicos, muestran un incremento en el tamaño de grano. En el caso particular de las muestras tratadas dentro del baño metálico en zinc muestra valores por encima que aquellas tratadas dentro del estaño.

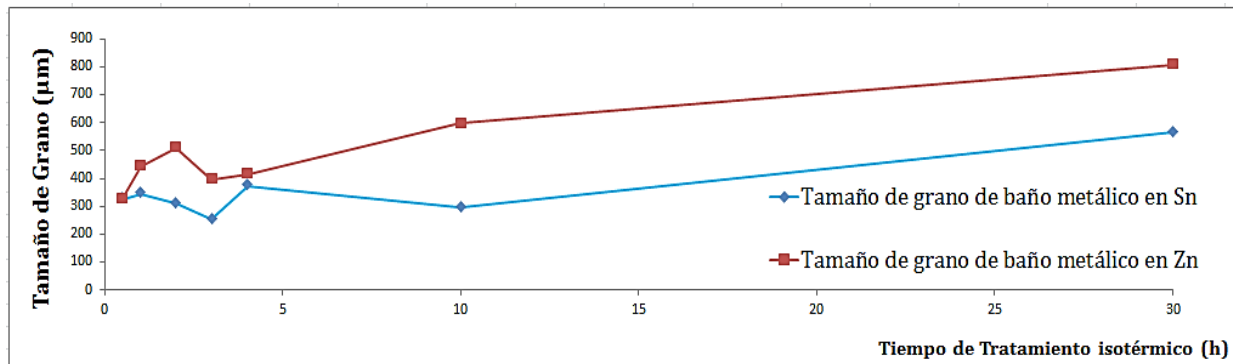


Figura 35. Dependencia del tamaño de grano en función del tiempo de tratamiento isotérmico.

La figura 36 muestra el grafico de barras correspondiente para ambos baños metálicos utilizados para realizar el tratamiento isotérmico en zinc y estaño. En esta figura se muestra de manera cuantitativa el tamaño de grano promedio obtenido para cada tiempo de tratamiento y se obtuvo un tamaño más grande en aquellas muestras envejecidas dentro del zinc, exceptuando el tratamiento isotérmico a 30 h.

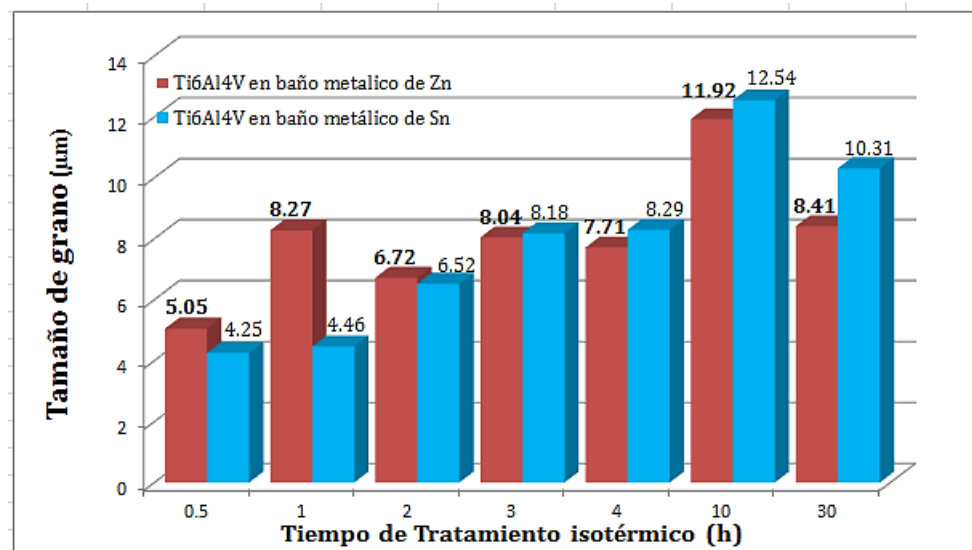


Figura 36. Influencia del tratamiento de envejecido sobre el tamaño de grano de Ti aleado.

Discusión de Resultados

- ❖ El efecto del envejecido dúplex sobre la microestructura mostró cambios en la morfología de la aleación de titanio templada en aceite y enseguida envejecida por 0.5 h. Después del envejecido en aluminio, la microestructura está compuesta por una matriz de granos blancos de α con una matriz de fase β retenida y precipitados de α dentro de los granos.

Por otra parte los envejecidos realizados dentro de los baños en Sn, Zn y Bi mostraron el mismo tipo de morfología microestructural; es decir, la estructura contiene una matriz de β retenida y límites de grano de fase α , en el interior de los granos se observan laminillas Widmanstätten de α con una determinada orientación preferencial.

En términos de microdureza se alcanzó el mayor valor utilizando el baño metálico de Bismuto, enseguida el Sn, seguido del Al y finalmente en el baño de Zn. La dureza depende de la microestructura del material y en este caso está relacionada con la disposición de la fase α así como también con la distancia interlaminar entre ellas.

- ❖ El efecto del tratamiento isotérmico sobre las microestructuras generadas por este procedimiento muestra rasgos similares con aquellas que fueron realizadas por la vía de envejecido dúplex, ya que se muestran con una morfología laminar correspondiente a la fase α tanto en el interior como en los límites de grano y presencia de β para los baños en Zn. Sn, Bi y muestra tratada en la mufla.

Por otro lado la muestra tratada térmicamente en Al produjo un cambio en el arreglo de las fases ya que en este caso la fase α se encuentran dentro de los granos y no en su límite comparado con los demás. Con el tratamiento isotérmico se logró incrementar la microdureza comparando los valores con los tratados vía envejecido dúplex lo cual significa que se refinó la microestructura debido a que se obtuvieron laminillas más finas por la vía de TTI.

- ❖ El efecto del tiempo de tratamiento isotérmico en el caso particular de las muestras expuestas en estaño, mostraron una tendencia en el crecimiento de tamaño de grano y de igual manera en el aumento de la distancia interlaminar; es decir van engrosando las laminillas α Widmanstätten.

La mayor microdureza se alcanzó a un tiempo de 2 h con 374.17 HVN atribuido a un refinamiento de las placas de la fase α por otro lado la menor dureza se obtuvo a 30 h de tratamiento en este caso se observa un aumento de grosor de dichas laminillas producidas por efecto del tiempo prolongado de tratamiento isotérmico.

- ❖ Con el tratamiento de recocido realizado dentro del baño metálico en Sn se obtuvieron microestructuras de tipo equiaxial formada por granos de α y β , y al incrementar el tiempo de tratamiento de acuerdo con las micrografías de la figura 26) se observa un crecimiento de la fase α , lo cual provoca la disminución de la microdureza.
- ❖ Las principales diferencias en utilizar el envejecido dúplex y el tratamiento isotérmico a primera vista resulta más directo el isotérmico ya que el temple es continuo llevándose solo hasta la temperatura de 550°C y en el caso del dúplex el temple se lleva hasta la temperatura ambiente y se tiene que volver a elevar la temperatura hasta 550°C. Por lo tanto con esta diferencia de enfriamientos se generan aparentemente la misma morfología microestructural compuesto de laminillas Widmanstätten α , con una matriz de β y límites de grano de fase α ; sin embargo se obtuvo un refinamiento microestructural por la vía de tratamiento isotérmico y de esta manera se incrementó la microdureza en el titanio aleado.

Conclusiones Particulares

- Los tratamientos térmicos de envejecido, isotérmico y recocidos permitieron obtener diferentes morfologías de la microestructura de la aleación Ti-6Al-4V, en el caso del envejecido e isotérmico fueron de tipo laminar Widmanstätten y en el caso de los recocidos fue de tipo equiaxial, provocando un cambio en la microdureza; obteniendo muestras con mayor endurecimiento por la vía de tratamiento isotérmico.
- Con el tratamiento dúplex se obtienen microestructuras similares comparadas con el tratamiento isotérmico, sin embargo; estas son de morfología gruesa y por lo tanto de menor dureza.
- Las curvas de dureza derivadas del TTI permitieron establecer el tiempo óptimo para alcanzar la máxima microdureza de la aleación Ti-6Al-4V. Se alcanzó a 4 h en Zn el valor mayor dureza de 374.62 HV mientras que al realizar este mismo procedimiento en baño de Sn se logró alcanzar la máxima dureza de 374.17 HV a un tiempo más corto de 2 h.
- Los efectos principales del tratamiento isotérmico sobre la microestructura del titanio fueron: engrosamiento de laminillas Widmanstätten e incremento de tamaño de grano con tiempos prolongados mayores a 10 h, resultando la degradación de la microestructura.
- A 30 h de tratamiento isotérmico ocurre una baja en las propiedades mecánicas principalmente la dureza, debido a la degradación microestructural sufrida a dicho tiempo de tratamiento.
- De acuerdo con los tres tipos de tratamientos térmicos, es importante mencionar que ofreció los mejores resultados para este estudio fue el tratamiento isotérmico en baño metálico de estaño, ya que con este procedimiento se consigue alta dureza debido al refinamiento microestructural.
- Con el tratamiento isotérmico en el baño de metal se ahorra un paso de tratamiento (temple), y así ahorrar tiempo de procesamiento. Este procedimiento puede ser un nuevo tratamiento especial para el titanio y sus aleaciones.

7.2 FATIGA DEL TITANIO ALEADO

Resumen

La fatiga de metales es un proceso que causa falla prematura o daño de un componente sujeto a cargas repetitivas. Este es el resultado de un proceso de daño acumulado constituido por tres etapas: iniciación de la grieta, propagación y fractura. Las condiciones de nucleación de microdefectos y la velocidad de propagación de grieta a fatiga son ampliamente influenciadas por un amplio rango de factores mecánicos, microestructurales y ambientales.

Es por ello que en este apartado se evaluó el efecto de la microestructura sobre la vida a la fatiga de la aleación Ti-6Al-4V con pruebas de flexión en viga rotativa. Se utilizó la condición de tratamiento isotérmico (TTI) a los tiempos de (2,10 y 30) h en baño metálico de Sn a 550°C, dejando una muestra con estructura de fabricación tomándola como testigo; por otra parte con un conjunto de muestras adicionales con tratamiento de recocido a 650°C a tiempos de (1,3.15 y 4) h se replicó el mismo procedimiento con el fin de comparar los resultados con un tratamiento convencional. De acuerdo con los resultados obtenidos, se observó en las muestras tratadas isotérmicamente (TTI) una disminución de vida a fatiga, asociado principalmente con la microestructura de laminillas Widmanstätten, obteniendo fracturas bajo fatiga mediante estrías producidas por la propagación de grietas. Por otra parte con el tratamiento de recocido se obtuvo una mejora a la vida a fatiga del titanio aleado soportando un mayor número de ciclos y mostrando fracturas de tipo fatiga para un mejor análisis se realizó un análisis fractográfico mediante MEB sobre las superficies fracturadas derivadas de las pruebas de fatiga del titanio aleado, de las muestras tratadas en Sn a (10,30 h), recocida a 4h y probeta testigo. En todas las fractografías se consideró que la propagación de la grieta principal fue de abajo (inicio de la fractura) hacia arriba (final de fractura).

Parámetros del ensayo

Lo primero que se realizó fue un ensayo de tensión el cual se llevó a cabo en base a la Norma ASTM E-8 [23], de la cual se muestran los resultados la figura 37, donde la resistencia a la fluencia σ_0 se determinó con la intersección de la curva contra una línea paralela a 0.2% de deformación elástica de acuerdo al estándar ASTM E8 [23].

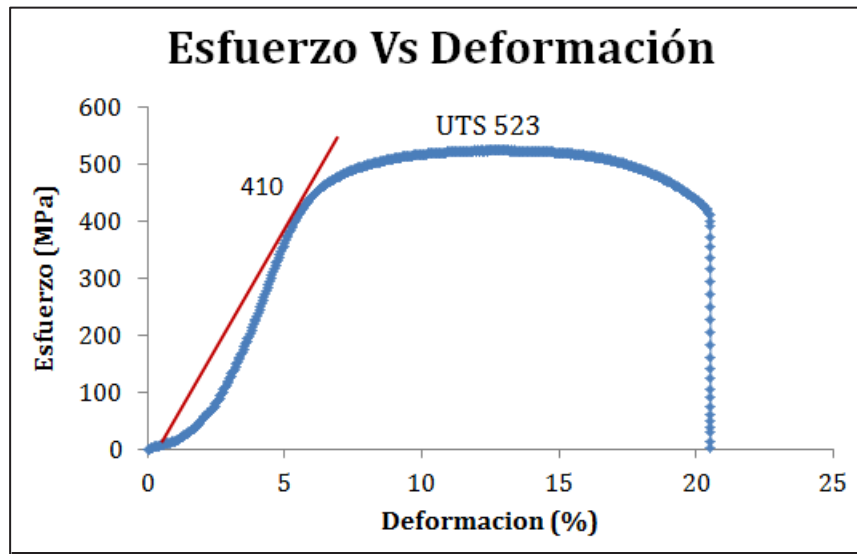


Figura 37. Gráfico Esfuerzo Vs Deformación de la aleación de Titanio.

A continuación se muestran los cálculos realizados para determinar la masa que se colocó en la máquina de flexión de viga rotativa. A la muestra se le realizó una prueba de dureza en escala HV con una carga de 200 kg_f la cual resultó tener un valor de 190.42 esto bajo la condición de fabricación, la cual fue ensayada en tensión. Al calcular la carga total, se consideró en cuenta el peso efectivo de las cajas de cojinetes, el arnés de carga y la balanza, que suman 10 Lb (5 kg). El peso inicial de 10 Lb (5 kg) determina el momento flector mínimo en la probeta.

Se consideró que $\sigma_0 = 410.45 \text{ Mpa}$

El diámetro de la muestra fue de 0.64 mm por lo cual su factor correspondiente es de 0.8139. De la curva Esfuerzo Vs Deformación (Figura 38) se determinó el esfuerzo de cedencia a un 50%, 75% y 90% para realizar los cálculos.

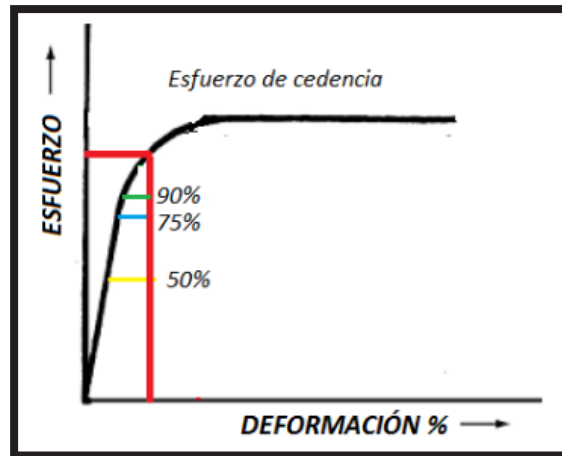


Figura 38) Gráfico Esfuerzo Vs Deformación.

De los cálculos realizados se determinó usar una carga de 12 Kilos con un esfuerzo correspondiente de 307.84 Mpa.

$$W_{90\%} = 369.41 \text{ MPa} \times \frac{1 \text{ ksi}}{6.895 \text{ MPa}} = 53.57 \frac{\text{lb}}{\text{plg}^2} \times 0.8139 = 43.60 - 10 = 33.60 \text{ lb} = 15.24 \text{ kg}.$$

$$W_{75\%} = 307.84 \text{ MPa} \times \frac{1 \text{ ksi}}{6.895 \text{ MPa}} = 44.64 \frac{\text{lb}}{\text{plg}^2} \times 0.8139 = 36.33 - 10 = 26.33 \text{ lb} = 11.95 \text{ kg}.$$

$$W_{50\%} = 205.22 \text{ MPa} \times \frac{1 \text{ ksi}}{6.895 \text{ MPa}} = 29.76 \frac{\text{lb}}{\text{plg}^2} \times 0.8139 = 24.22 - 10 = 14.22 \text{ lb} = 6.45 \text{ kg}.$$

Geometría: Figura 5.

No de probetas utilizadas: 10

Peso: 12 Kg

Esfuerzo: $\sigma_0 = 307.84 \text{ MPa}$

Frecuencia: 61.95 Hertz

Resultados

En las figuras 39 y 40 se muestra en un gráfico de barras el número de ciclos a la falla (N_f) o vida a fatiga, a un esfuerzo constante de $\sigma_0 = 307.84 \text{ MPa}$ correspondientes a cada condición de tratamiento tanto de tratamiento isotérmico en Sn a 550°C , como las recocidas en Sn a 650°C para el titanio aleado.

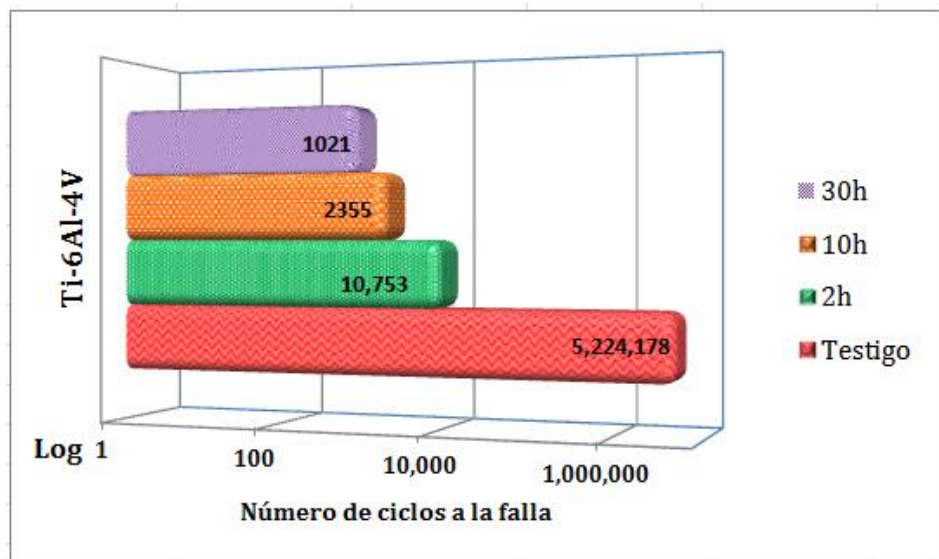


Figura 39) Numero de ciclos a la falla en condición de tratamiento isotérmico a distintos tiempos.

De acuerdo con los resultados mostrados en la figura 39 se observa que la muestra tomada como testigo con microestructura de fabricación constituida por la mezcla de fases $\alpha + \beta$, fue la que soportó mayor número de ciclos debido a su disposición de las fases y granos equiaxiales. Por otra parte las muestras que fueron tratadas térmicamente; se observa que al incrementar el tiempo de tratamiento isotérmico disminuye el número de ciclos, lo cual significa que disminuye la resistencia a la fatiga o vida a fatiga (Figura 40) provocando una disminución en el tiempo de vida útil de la aleación, ya que el material presenta degradación microestructural al ir prolongando el tiempo de tratamiento.

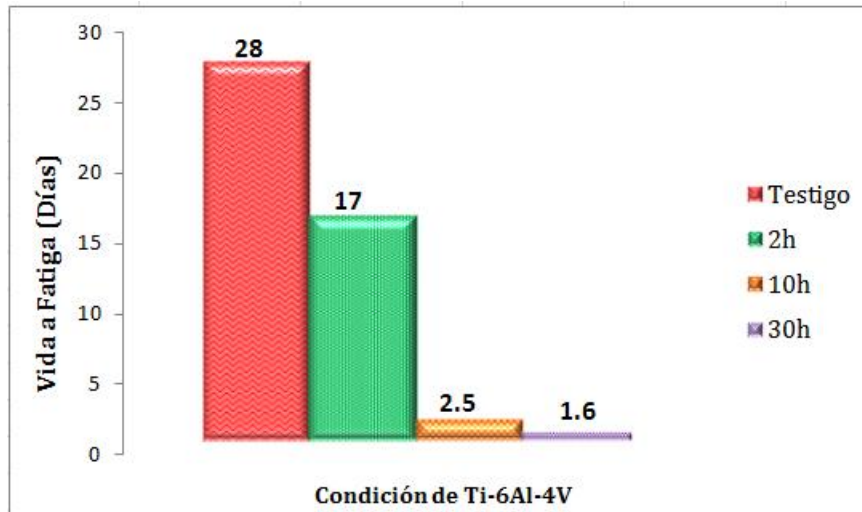


Figura 40) Vida a la fatiga en condición de tratamiento isotérmico distintos tiempos

La figura 41 muestra la vida a fatiga del titanio aleado en condición de fabricación y recocidos a una temperatura de 650°C en Sn a distintos tiempos de permanencia dentro del baño (1, 3.15 y 4) h. De acuerdo con los resultados se observa que la muestra con condición de fabricación fue la que obtuvo un mayor número de ciclos a la falla; por otra parte con las probetas restantes con condición de recocido se observa una disminución en la vida a fatiga del titanio (Figura 42), esto al incrementar el tiempo de recocido; asociado principalmente al crecimiento de grano.

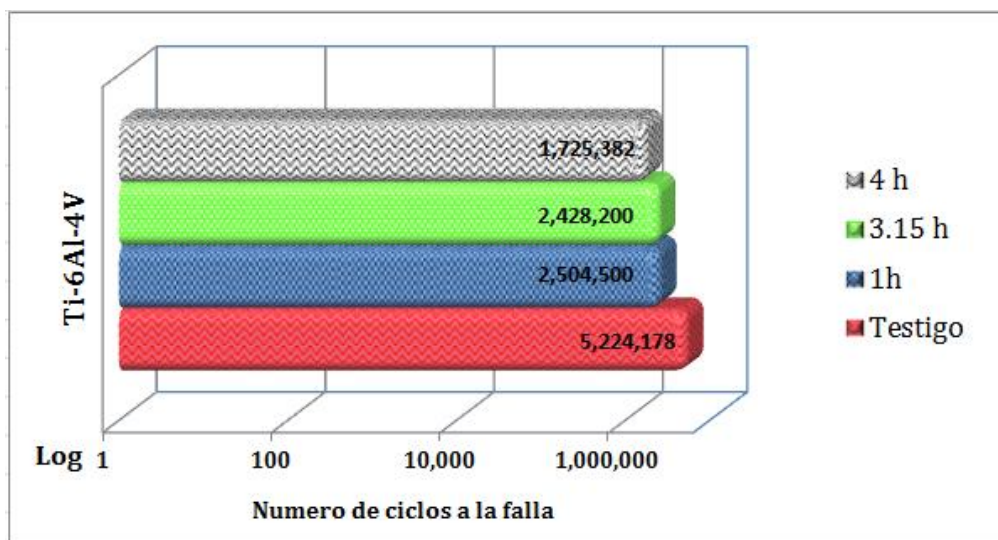


Figura 41) Numero de ciclos a la falla en condición de recocido a 650°C en Sn a distintos tiempos

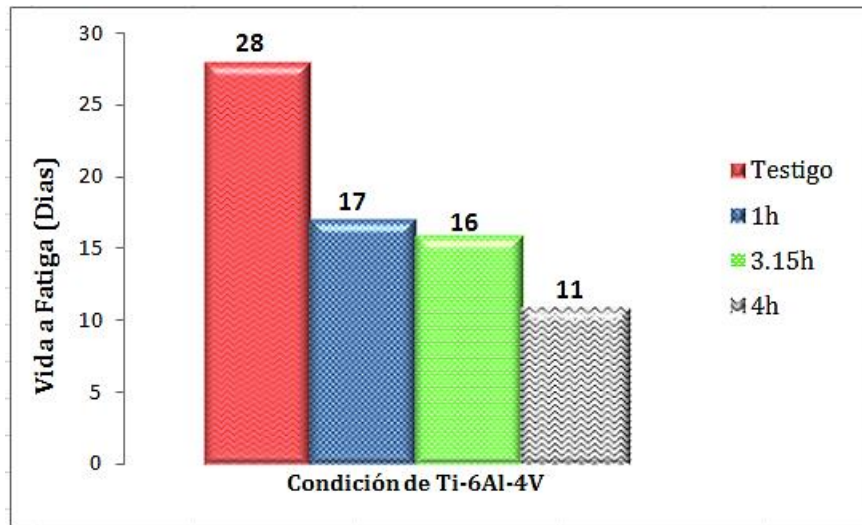


Figura 42) Vida a la fatiga en condición de Recocido a 650°C en Sn a distintos tiempos

La figura 43 muestra las microestructuras correspondientes para la condición de fabricación y las de tratamiento isotérmico, derivado de esto se observa la fractura asociada correspondiente. Para la muestra testigo se observa su fractura asociada a su microestructura, la cual es fractura producida bajo fatiga; ya que la superficie de fractura es rugosa, la cual se vuelve más áspera a medida que la grieta original aumenta de tamaño, mostrándose fibrosa durante su propagación y final de la grieta. El desarrollo de la fractura por fatiga es favorecido por el arreglo que existe entre las dos fases consistente de α (zonas claras) y β (zonas oscuras), dentro de los granos de β se observan laminillas alternadas finas correspondientes a la fase α [28].

Sin embargo para el caso de las muestras que fueron sometidas a tratamiento isotérmico se obtuvieron patrones similares al mostrar fracturas por fatiga; ya que la superficie de fractura muestra deformación a nivel macroscópico y la grieta se propago en forma inestable, lo cual se relaciona a fractura bajo fatiga. Las superficies fracturadas a 2 h, 10 h y 30 h mostraron una superficie rugosa, con relieves y agrietamientos (Figura 43). Por otra parte las muestras que fueron recocidas, mostraron superficies fracturadas por fatiga mostraron una superficie plana, la cual se vuelve más áspera a medida que la grieta crece de forma estable hasta llegar a la fractura.

La figura 44 muestra las fracturas obtenidas a partir de cada condición de recocido, así mismo se observan las microestructuras correspondientes. Al realizar el recocido en fase α , se muestran granos de α y una matriz de β , proporcionando mayor tenacidad a la fractura y disminuyendo la velocidad de propagación de las grietas de fatiga, razón por la cual es el tratamiento más frecuentemente usado en la aleación Ti6Al4V [28].


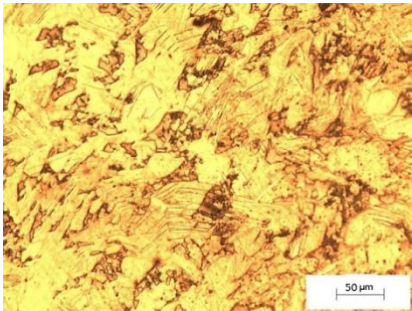

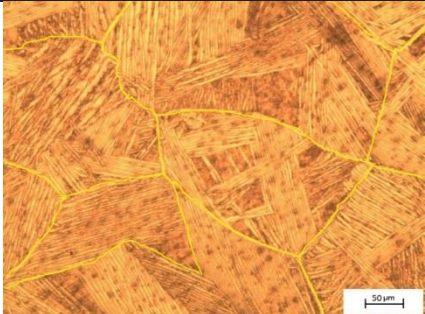

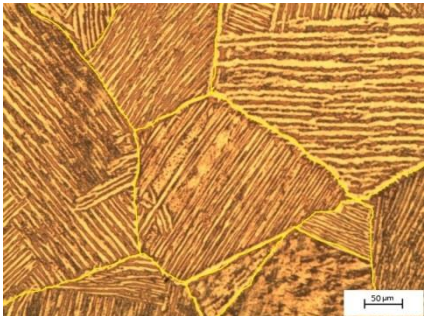

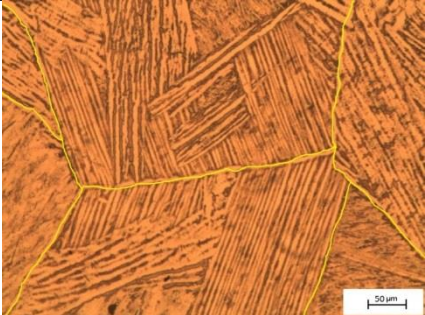
Condición	Fractura	Microestructura
Testigo		
TTI 2h en Sn		
TTI 10 h en Sn		
TTI 30h en Sn		

Figura 43) Superficies fracturas del titanio con tratamiento isotérmico y muestra testigo


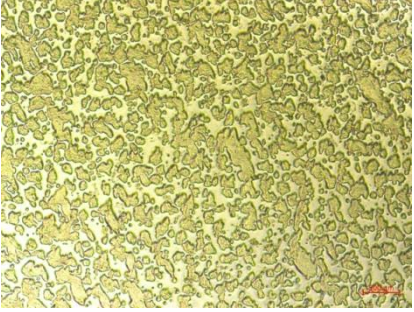

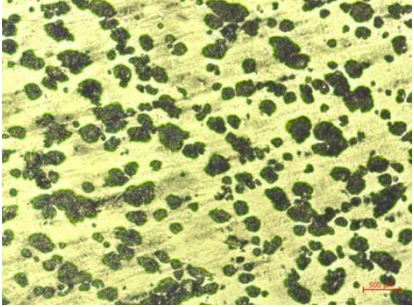
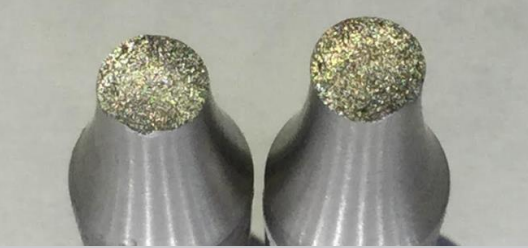
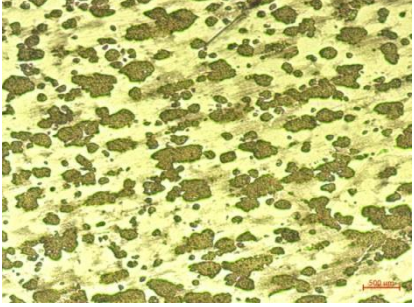
Condición	Fractura	Microestructura
Recocida 1h en Sn		
Recocida 3.15 h en Sn		
Recocida 4h en Sn		

Figura 44) Superficies fracturas del titanio recocido.

La figura 45 muestra la superficie fracturada por el mecanismo de fatiga del titanio aleado con microestructura de fabricación, es decir; probeta testigo, mostrando una superficie rugosa la cual corresponde a una fractura por fatiga, tal y como se observa en las fractografías obtenidas por MEB. La figura 45a) muestra el inicio de la raíz de la grieta en la parte de abajo. La figura 45 b) muestra con más detalle el inicio de grieta en la cual se pueden observar varias líneas de propagación de grieta hacia una misma dirección, a la mitad de la superficie se observó formación de estrías (figuras c y d), las cuales corresponden a las líneas paralelas entre sí mostradas con más detalle en la figura 45d).

Hacia el final de la superficie se presentó una fractura por fatiga por medio de estrías a través de los granos alfa con diferente orientación. También se observó una red de microhuecos en los límites de grano, la cual representa 10 % de la superficie de fractura (Figura 45e).

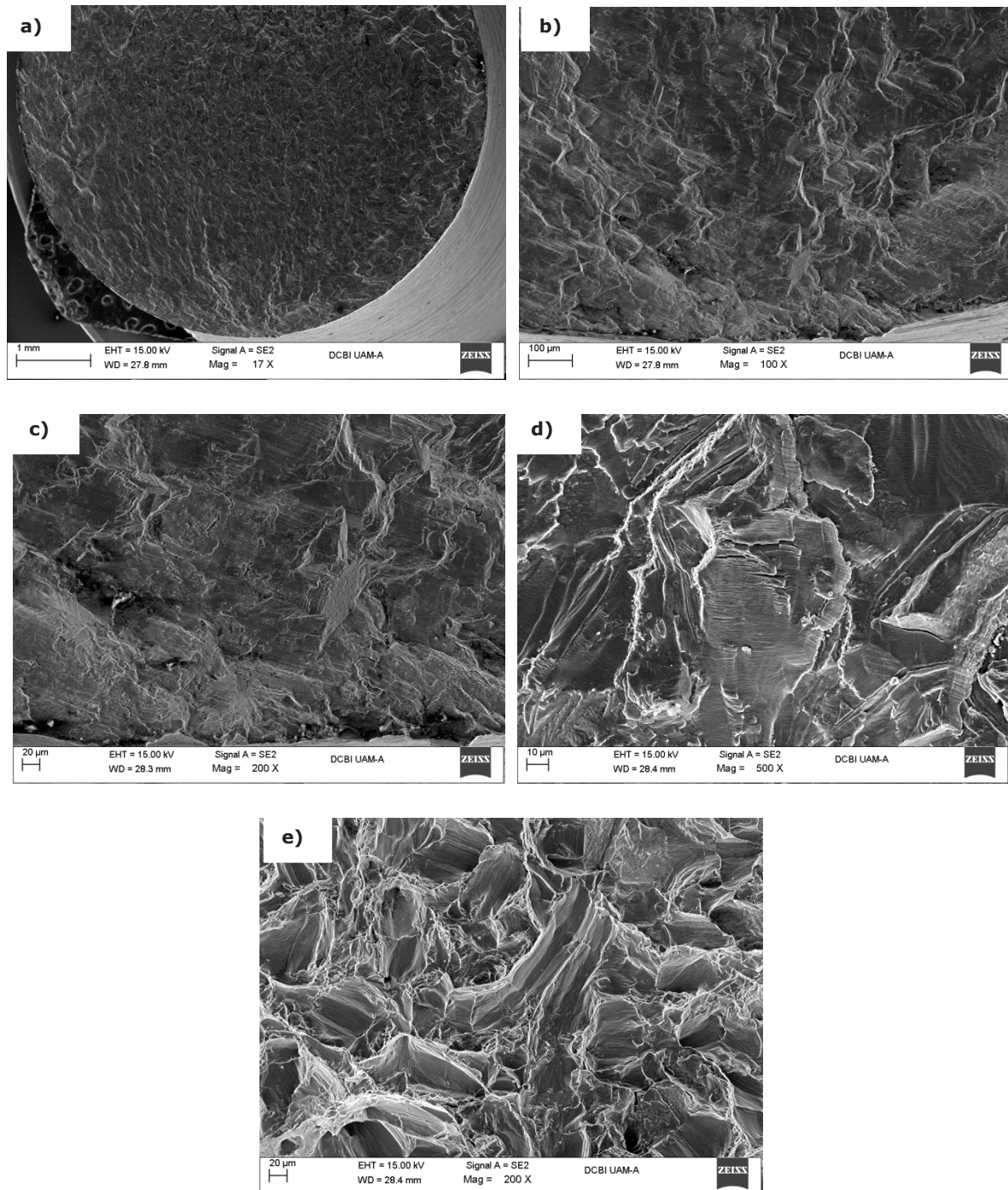


Figura 45) Fractografías de Ti6Al4V testigo obtenidas por MEB de las superficies fracturadas por fatiga. a) Superficie plana, b) inicio de la raíz de la grieta, c) Fractura por fatiga y superficie áspera, d) formación de estrías y e) Fractura final con red de microhuecos.

La figura 46a) muestra la superficie general de la probeta recocida a 650°C por 4 h en Sn, en la cual se observó una superficie plana con el inicio de grieta en la parte inferior. El inicio de la superficie (Figura 46b) mostró una fractura por fatiga observándose la formación de relieves, a la mitad de la superficie se observó la formación de estrías (figura 46c). El efecto de recocido a 650°C por 4h sobre la superficie fracturada por el mecanismo de fatiga del Titanio aleado mostró un aumento de la formación de estrías, lo cual da como resultado una propagación lenta de la grieta principal (Figura 46d). Al final de la superficie se observó la fractura tipo fatiga, donde se observan granos pequeños conteniendo estrías con diferente orientación.

El efecto del tratamiento isotérmico a 550°C por 10 h sobre la superficie del titanio aleado evaluado a fatiga produjo una fractura de tipo fatiga, tal y como se muestra en las fractografías obtenidas por MEB en la figura 47. La figura 47a) Muestra de manera general la superficie fracturada donde el inicio de la grieta se localiza en la parte inferior. Se observa una superficie muy áspera, con relieves y discontinuidades desde el inicio de la grieta (Figura 47b). A la mitad de la superficie se encontró la formación de estrías dentro de los patrones parecidos a río (Figura 47c) [27] . La figura 47d) muestra a más aumentos las estrías encontradas a la mitad de la superficie analizada parecidas estas a un salmón. Al final la fractura es inestable ya que la superficie presento relieves lo cual da como resultado una fractura de tipo fatiga por la topografía de la superficie con esta condición de tratamiento térmico.

La superficie fracturada por fatiga de la aleación de titanio tratada a 30h mostró una superficie rugosa y muy agrietada (figura 48a). El inicio de la superficie presentó una fractura por fatiga mostrando relieves (figura 48b). A la mitad de la superficie (figura 48c) se observaron regiones con estrías (líneas gruesas paralelas entre sí) lo cual está relacionado directamente con la velocidad de propagación de la grieta; en este caso la velocidad de propagación de acuerdo con la evidencia fue de manera rápida, lo cual implica que se requiere de muy baja energía para producir la fractura por fatiga. La figura 48d) muestra con más detalle las estrías producidas por la propagación de la grieta; las cuales se notan como líneas paralelas gruesas y en la región superior se observan interrumpidas al tener algunos relieves superficiales, producto de la fractura estable. Al final de la superficie se encontró una fractura dúctil con morfología de microhuecos debido a la propagación inestable de la grieta originando la fractura final.

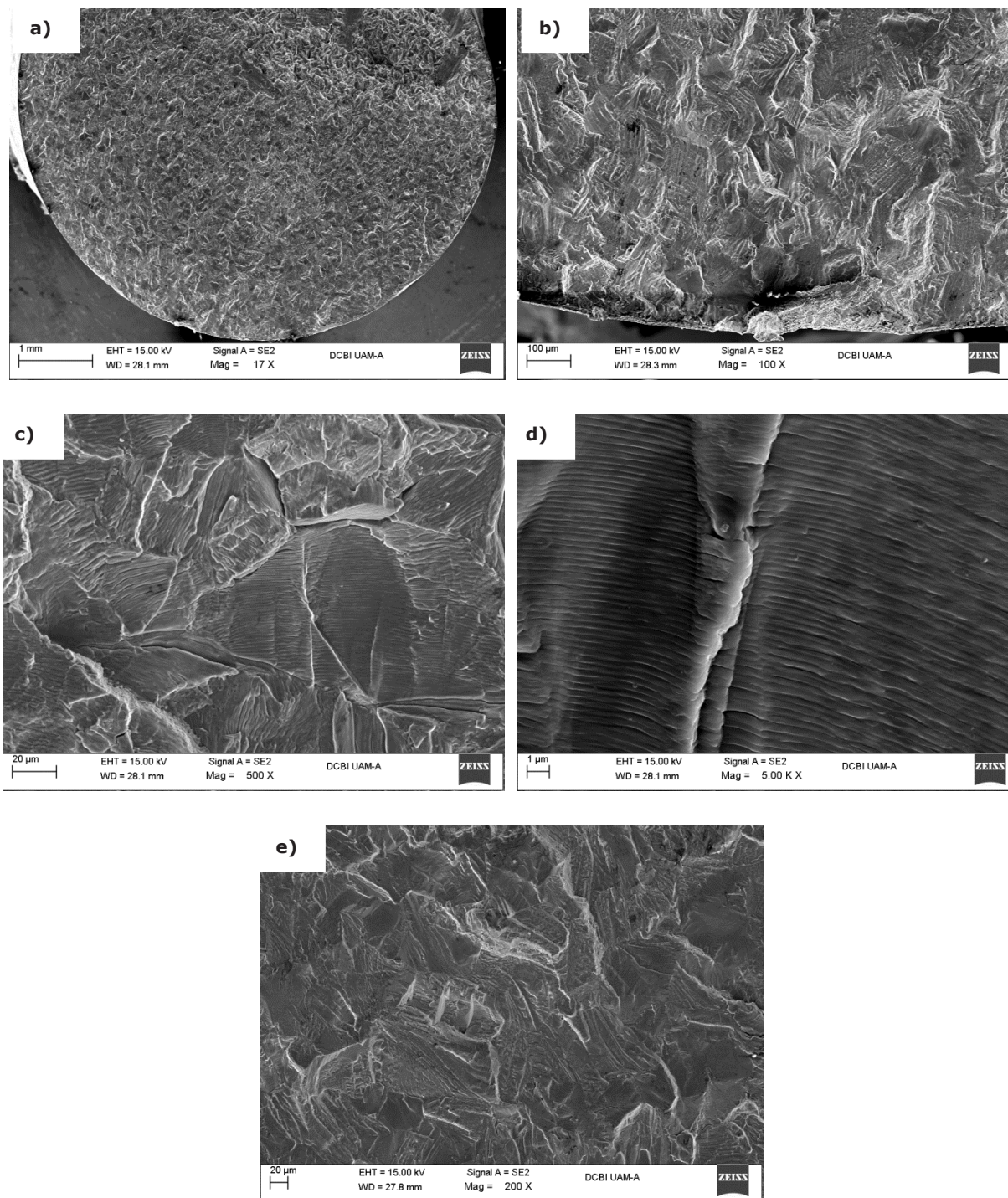


Figura 46) Fractografías de Ti6Al4V Recocido obtenidas por MEB de las superficie fracturadas por fatiga. a) Superficie plana, b) Inicio de la fractura con relieves, c) Mitad de la superficie con estrías al interior del grano , d) Formación de estrías muy finas provocando propagación lenta de grieta principal y e) Final de la fractura.

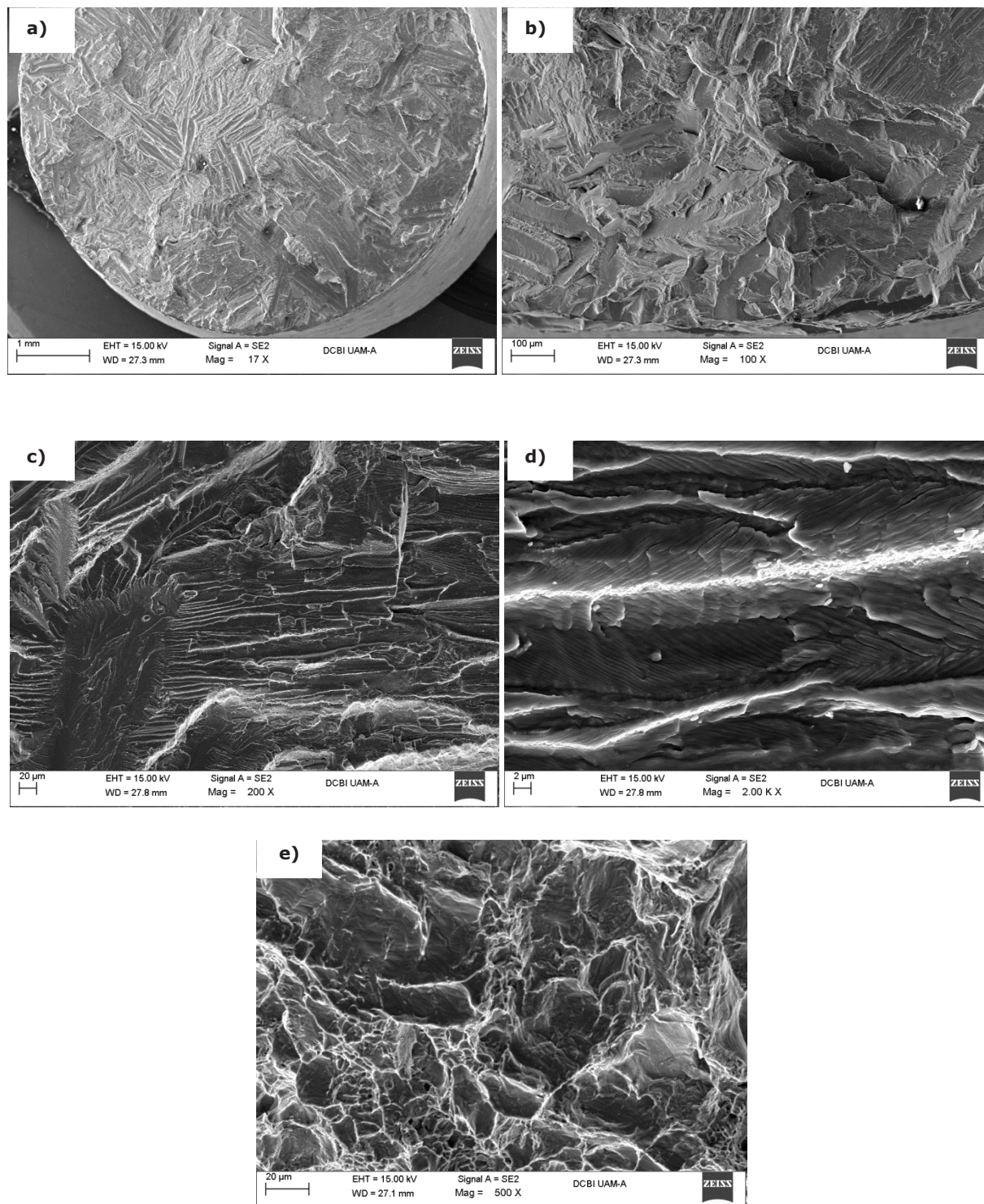


Figura 47) Fractografías de Ti6Al4V tratado por 10 h obtenidas por MEB de las superficie fracturadas por fatiga. a) Superficie rugosa y áspera, b) Inicio de grieta inestable, c) Mitad de la superficie con patrones de río, d) Formación de estrías tipo salmón y e) Fractura inestable con relieves y agrietamientos.

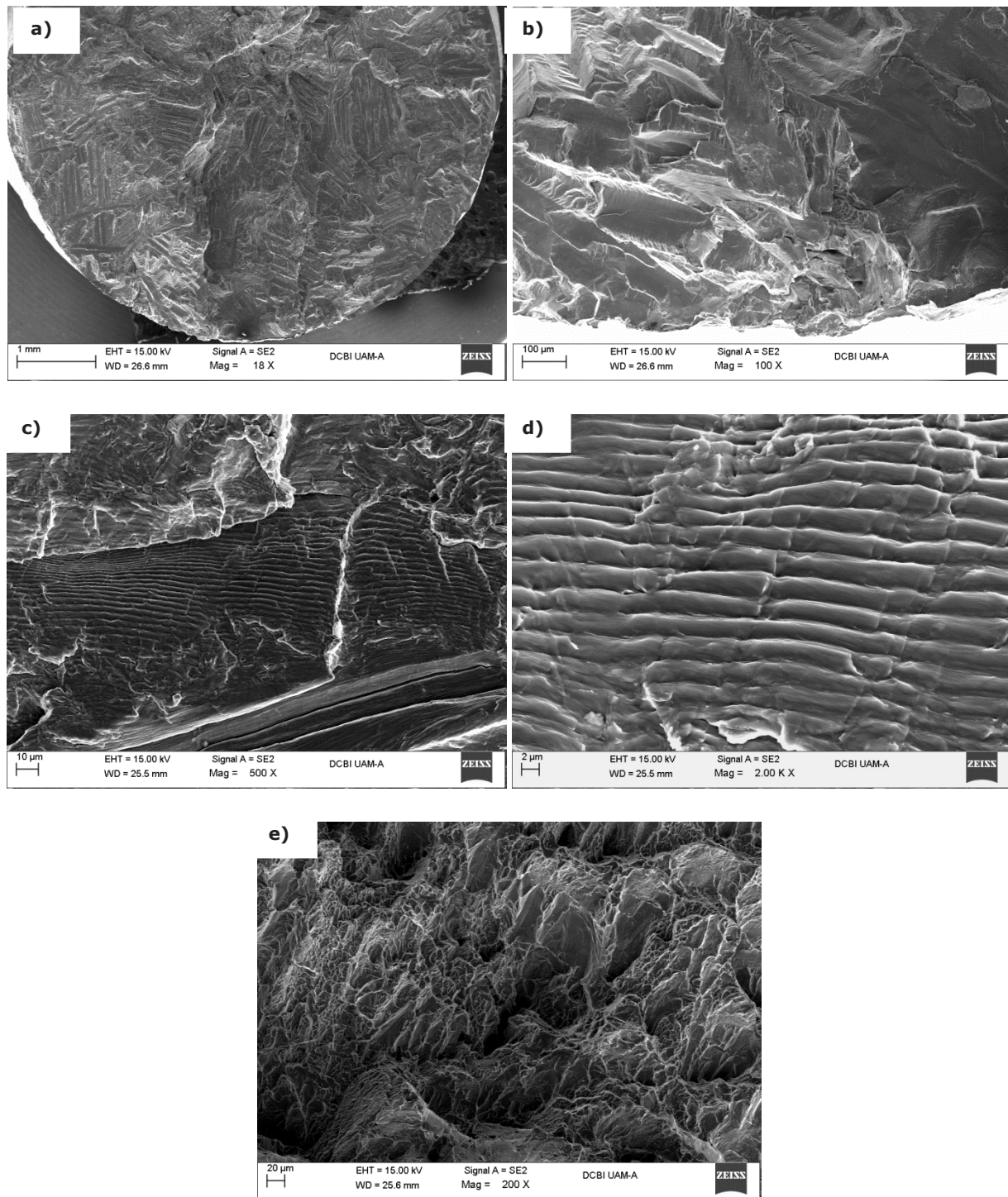


Figura 48) Fractografías de Ti6Al4V tratado por 30 h obtenidas por MEB de las superficie fracturadas por fatiga. a) Superficie rugosa y agrietada, b) Inicio de grieta tipo fatiga, c) Mitad de la superficie con formación de estrías, d) Detalle de estrías producidas por una rápida propagación de grieta y e) Final de fractura con microhuecos.

Discusión de Resultados

- ❖ La fatiga es el fenómeno general de falla de varios componentes entre estos los implantes biomédicos; debido a las cargas dinámicas a los que se encuentran sometidos de manera natural y tras varios ciclos de aplicación a un nivel de tensión inferior a la resistencia a la cedencia, se realizó dicho estudio tal y como se muestra en la figura 38.
- ❖ En la figura 41 se observa que el tratamiento de recocido mejoró la vida a fatiga del titanio aleado, a un esfuerzo constante de $\sigma_0 = 307.84 \text{ MPa}$ y que la diferencia respecto a la condición de tratamiento isotérmico fue mayor a medida que aumenta el número de ciclos a la falla.
- ❖ De acuerdo con el análisis fractográfico las muestras que fueron tratadas isotérmicamente en el baño de estaño mostraron todas ellas fractura de tipo fatiga, por lo tanto el tratamiento isotérmico es un proceso de degradación microestructural y pérdida de propiedades mecánicas para tiempos prolongados; ya que se produjo engrosamiento de laminillas Widmanstätten, crecimiento de grano y reducción de dureza y crecimiento en las estrías. Al incrementar el tiempo de tratamiento disminuye la vida a fatiga del titanio aleado.
- ❖ De acuerdo con las fractografías obtenidas por MEB la muestra recocida a 4h mostró fractura de tipo fatiga, Esta microestructura presenta una buena combinación de tenacidad y resistencia a la fatiga, razón por la cual es la más frecuentemente usada en la aleación Ti6Al4V. Por otra parte al evaluar las muestras en fatiga rotativa se obtuvo que al incrementar el tiempo de tratamiento de recocido va disminuyendo la vida a fatiga del titanio aleado.

Conclusiones Particulares

- La permanencia a largos tiempos >10 h de tratamiento isotérmico; generó un crecimiento de grano; un engrosamiento en las laminillas Widmanstätten α ; lo cual repercute directamente con la reducción de resistencia a la fatiga, ya que se genera un engrosamiento de estrías y la propagación de grieta es más rápida.
- Los ensayos de fatiga mostraron que el tratamiento isotérmico a 550°C en Sn tiene la finalidad de acelerar el comportamiento microestructural y mecánico de las aleaciones, para cuantificar los cambios que podrían generarse a través del tiempo bajo condiciones de servicio.
- De acuerdo con el objetivo particular propuesto se realizó la evaluación de las microestructuras obtenidas a partir de los tratamientos isotérmicos en Sn y recocidos a distintos tiempos bajo pruebas de fatiga en viga rotativa con el fin de determinar el tiempo de vida útil bajo servicio y de esta forma predecir el comportamiento que podrían generarse a futuro para implantes biomédicos de la aleación Ti-6Al-4V.

7.3 IMPACTO DEL TITANIO ALEADO

Resumen

Se realizó un estudio de energía absorbida con el objetivo de determinar la tenacidad al impacto en el titanio aleado, por medio de ensayos Charpy bajo la Norma ASTM E23 [28] con una máquina de impacto Tinius Olsen MP 1/1 con capacidad de energía absorbida de 264 J, a temperatura de 25°C, con un primer conjunto de muestras a condición de recocido a distintas temperaturas de 450, 550 y 650°C por 4h, además de una muestra solubilizada y templada a 550°C por 4h en baño metálico de Sn y una como referencia. Antes de los ensayos de impacto se realizó un perfil de microdureza HV0.2 a las muestras con el objetivo de correlacionar su microdureza con la energía absorbida y de esta manera determinar cuál fue la de mayor tenacidad de impacto. De los resultados obtenidos en esta primera etapa se alcanzó la mayor energía absorbida de 149.4 J con la condición de recocido a 650°C por 4h con una microdureza correspondiente de 133.12 HV lo cual mostro que a esta temperatura se obtuvo la mayor resistencia al agrietamiento en el titanio aleado. Secundariamente de acuerdo con el resultado obtenido en la primera etapa, con un conjunto adicional de muestras se realizaron los ensayos de impacto con muestras recocidas a 650°C a tiempos de 1, 2, 3 y 4 h de tratamiento de recocido, dejando una muestra como referencia. De los resultados obtenidos se encontró que a un tiempo de 1h se obtuvo la mayor dureza y tenacidad a la fractura, para el tiempo de 4h se obtuvo la menor dureza y energía de impacto en el titanio. A un tiempo de 3.15h se obtuvieron propiedades intermedias; es decir semejante microdureza 186HV y energía absorbida de 176 J.

Parámetros del ensayo

Geometría: Figura 8

No de Probetas utilizadas: 10

Temperatura ambiente 25°C

Resultados

La dureza Vickers en función de la temperatura de recocido, metal testigo y solubilizado-temple en Sn por un tiempo de 4 h de tratamiento se presenta en la figura 49. La dureza máxima se alcanzó con la condición de solubilizado y temple interrumpido en baño metálico de Sn a 550°C por 4h, atribuida principalmente a la fase α , la cual se encuentra presente tanto en el límite de grano como en el interior de los granos en forma de placas Widmanstätten (Figura 25d). Por otra parte el efecto de la temperatura de recocido sobre la microdureza del titanio aleado, mostro un descenso gradual de la microdureza, esto al ir incrementando la temperatura con una diferencia de 100°C entre cada una de estas, atribuido al crecimiento de grano.

Por otra parte, con el tratamiento de recocido realizado dentro del baño metálico en Sn se obtuvieron microestructuras de tipo equiaxial formada por granos de α y β (Figura 44), y al incrementar el tiempo de tratamiento de acuerdo con las micrografías de la figura 26) se observo un crecimiento de la fase α , lo cual provoco la disminución de la microdureza tal y como se muestra en la figura 49.

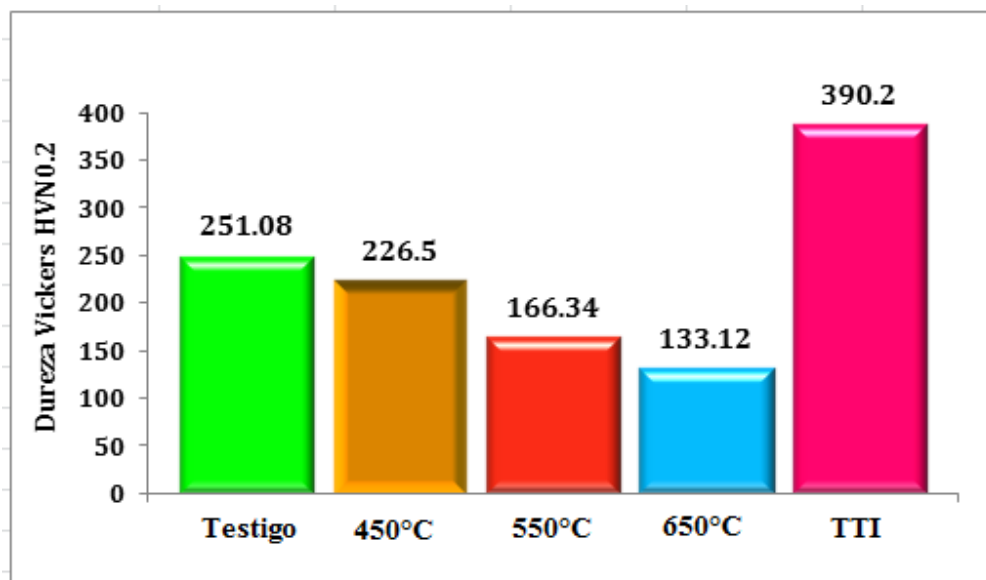


Figura 49) Microdureza Vickers en función de la condición de la aleación base titanio.

La energía absorbida Charpy y microdureza en función de la temperatura de recocido (450, 550 y 650°C), metal testigo y tratamiento isotérmico por un tiempo de 4h en Sn se ilustra en la figura 50. El efecto del tratamiento isotérmico muestra una disminución significativa del 86% en la energía absorbida comparándola con la muestra recocida a 650°C x 4 h, relacionada con la morfología de la fase α .

El metal testigo alcanzó una microdureza de 251.08HV y una energía correspondiente de 69.3 J, este comportamiento se podría relacionar con la microestructura inicial de la barra de aleación de Titanio (figura 20) consistente de dos fases α (zonas claras) y β (zonas oscuras), dentro de los granos de β se observan laminillas alternadas finas correspondientes a la fase α .

La aleación de titanio recocida a 550°C y testigo presentaron la menor energía de 69.3 J de un 53% menos en comparación con la condición de recocido a 650°C. Este comportamiento se atribuyó a la morfología de grano α .

La variación entre los valores obtenidos de la microdureza y energía absorbida en condición de recocido a 650°C fue muy pequeña de un 10%, por lo cual se seleccionó como la temperatura adecuada y posteriormente se varió el tiempo de recocido para determinar la resistencia al impacto en el titanio.

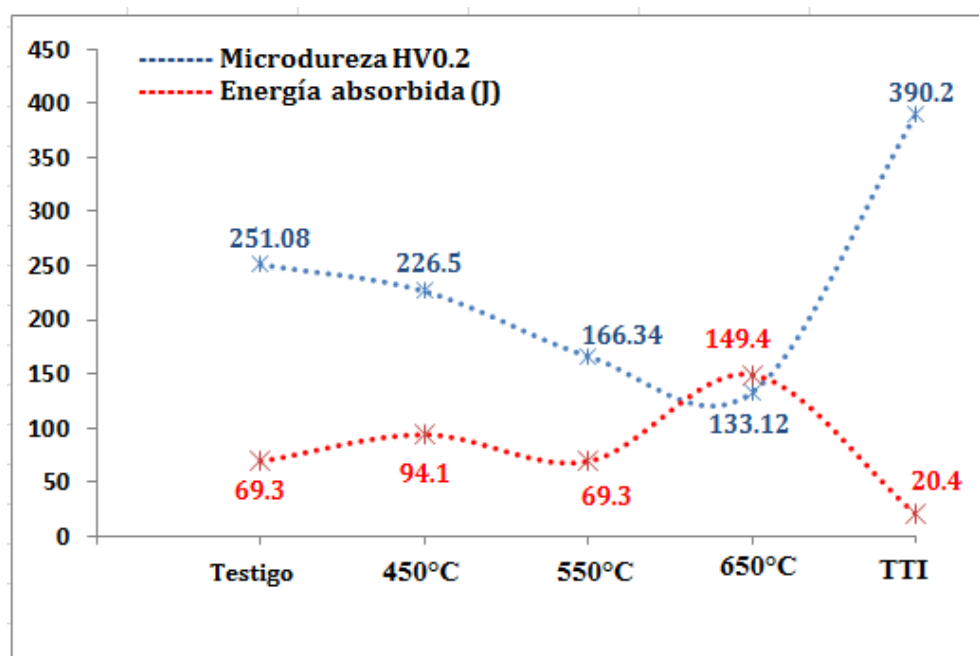


Figura 50) Variación de la microdureza y energía absorbida bajo distintas condiciones del titanio aleado.

La figura 51 muestra la microdureza en función del tiempo de recocido a una temperatura constante de 650°C y el metal testigo. El efecto del incremento del tiempo de tratamiento reflejó un decaimiento en la microdureza a los tiempos de 3 y 4h del titanio aleado comparado con la muestra que fue recocida a 1h, atribuido principalmente al incremento de tamaño de grano de la fase α , la cual ablanda al titanio.

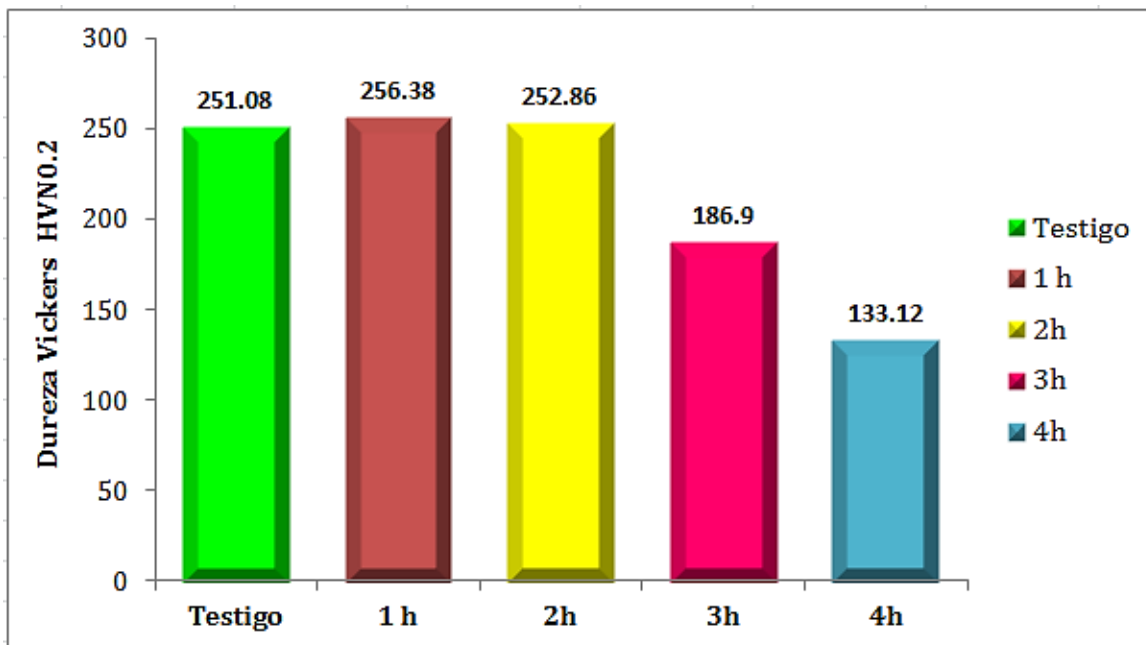


Figura 51) Variación de la microdureza en función del tiempo de recocido a 650°C y metal testigo.

Por otra parte al realizar los ensayos de impacto Charpy los resultados de energía absorbida se ilustran en la figura 52, la cual muestra también la variación de la microdureza HV0.2. El efecto del tiempo de recocido sobre la energía absorbida muestra una tendencia de disminución de energía absorbida al incrementar el tiempo de tratamiento comparado con 1h de recocido. Por otra parte el metal testigo muestra la mínima energía absorbida debido a su alta dureza; disminuyendo de esta manera la resistencia al impacto en el titanio.

Para este estudio fue conveniente elegir tres condiciones para realizar la evaluación del material en pruebas de fatiga. Basándose en el grafico 52 se determinó que dichas condiciones fueran los extremos y la intersección entre las curvas; es decir, 1h, 4h como los extremos y 3.15h correspondiente a la intersección entre curvas de dureza Vickers y energía absorbida.

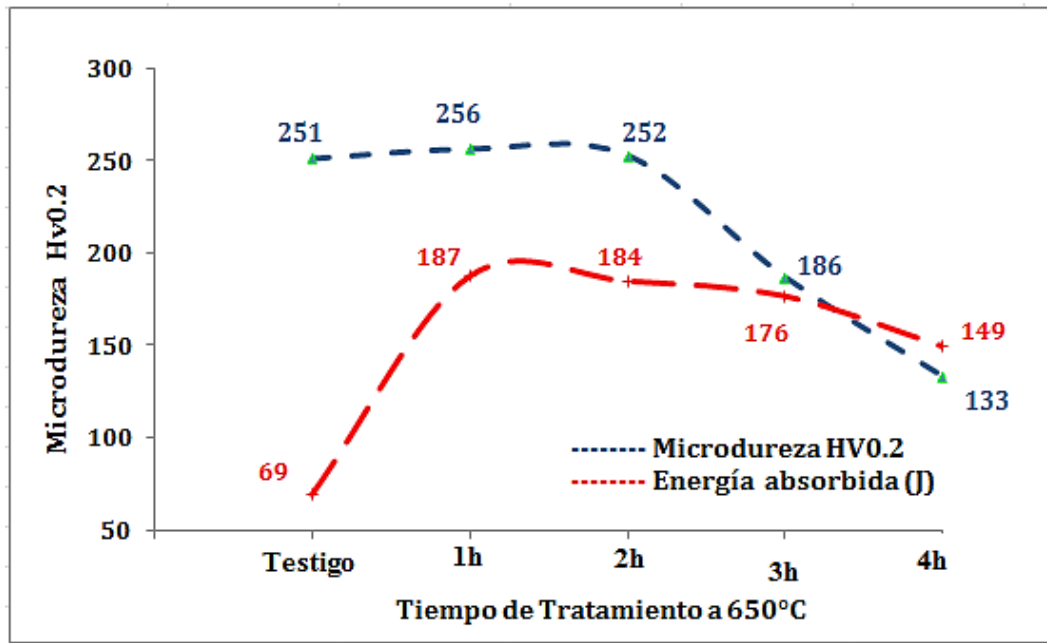


Figura 52) Variación de la microdureza y energía absorbida a distintos tiempos de recocido a una temperatura de 650°C y metal testigo

Discusión de Resultados

- ❖ El efecto de la temperatura de recocido sobre la energía absorbida no mostro una tendencia, ya que a la temperatura de 450°C se obtuvo un valor de 94.1 J, enseguida a 550°C decayó un 26 %, posteriormente a 650°C se alcanzó la mayor energía con un valor de 149.4 J y finalmente a la condición de tratamiento isotérmico bajo un 86 %. Atribuidos principalmente con sus características microestructurales descritos anteriormente.
- ❖ Por otra parte en términos de microdureza el efecto de la temperatura de recocido mostró una disminución de la microdureza relacionado con el crecimiento de grano de la fase α .
- ❖ Resumiendo, los efectos del tiempo de recocido sobre la tenacidad al impacto y microdureza van disminuyendo a medida que aumenta el tiempo de tratamiento térmico, respecto a 1h de recocido. La muestra recocida a 1 h alcanzó la mayor dureza; al igual que la mayor energía absorbida.

Conclusiones Particulares

- Los efectos principales del tratamiento isotérmico en baño metálico de Sn fueron: el incremento de microdureza y decaimiento de la energía absorbida debido a la microestructura del titanio bajo esta condición presentando: la fase α ; engrosamiento de laminillas Widmanstätten e incremento de tamaño de grano, resultando la degradación de la microestructura.
- Los efectos principales del recocido a tiempo constante (4h) y temperaturas variables fueron: decaimiento en términos de microdureza, al incrementar la temperatura de tratamiento y en términos de energía absorbida no mostró tendencia descendiente ni ascendente, ya que hubo fluctuaciones de resultados.
- Los efectos principales del recocido a temperatura constante (650°C) y tiempos variables fueron: decaimiento de energía absorbida y microdureza al incrementar tiempo de tratamiento a 3 y 4 h asociado con crecimiento de fase α .
- Con los ensayos de impacto fue posible determinar la tenacidad al impacto del titanio aleado, realizando los ensayos a temperatura ambiente.
- Las curvas de variación de microdureza y energía absorbida permitieron establecer los parámetros de prueba para determinar la evaluación del material en viga rotativa (fatiga) de la aleación Ti-6Al-4V.
- En el diseño de componentes como es el caso de implantes biomédicos es importante considerar la tenacidad al impacto del dispositivo.

7.4 Ensayo de Tensión unidireccional del Titanio aleado

Resumen

El objetivo de este estudio fue determinar la anisotropía de la aleación Ti-6Al-4V en el comportamiento mecánico a tensión, con microestructura de fabricación y en condición de laminado, para ello se consideraron las direcciones diagonal, transversal y longitudinal con respecto al eje de laminación. Para inducir la deformación plástica, se aplicó una carga de tensión unidireccional, mediante una máquina de tensión SATEC Systems, Inc, con capacidad de carga de 180 KN, a una velocidad de deformación de 1mm/mm. Después de realizar los ensayos de tensión y obtenidas las propiedades mecánicas, se realizó una preparación metalográfica para observar la evolución microestructural en cada dirección del material y determinar la anisotropía en el titanio aleado. Adicionalmente se determinó la energía de activación aplicando el modelo matemático propuesto por Muñoz-Andrade [18]. De acuerdo con los resultados se observó una fuerte disminución en el límite de elástico y ductilidad para la dirección longitudinal, por otro lado para la dirección trasversal se obtuvo el mayor límite elástico y ductilidad. Análisis mediante microscopía óptica y microdureza Vickers, permitieron concluir que este comportamiento de anisotropía está asociado con la orientación de los granos de manera preferencial hacia determinada dirección formando una textura en el titanio. De acuerdo con los cálculos realizados de energía de activación Q , se encontró que para la dirección transversal se requiere mayor energía para activar el movimiento de dislocaciones en dicha dirección con un menor movimiento atómico.

Parámetros del ensayo

Geometría: Figura 7

No de Probetas utilizadas: 6

Velocidad de cabezal: 1mm/min

Temperatura ambiente 25°C

Resultados

Las tres orientaciones estudiadas presentan un comportamiento a tensión diferente ilustrado en la curva esfuerzo-deformación (Figura 53). El mayor límite elástico obtenido fue en la dirección transversal de 610 Mpa; además al igual que la muestra cortada en la dirección diagonal, obtuvieron la mayor ductilidad observando el régimen plástico de la curva. En general, la ductilidad en tracción está principalmente determinada en el caso de las aleaciones de titanio, por la fase α como zona preferencial de deformación [29]. Por otra parte la muestra cortada longitudinalmente mostró el límite elástico más bajo con 455 Mpa y poca ductilidad con 24% por debajo de las muestras diagonal y transversal.

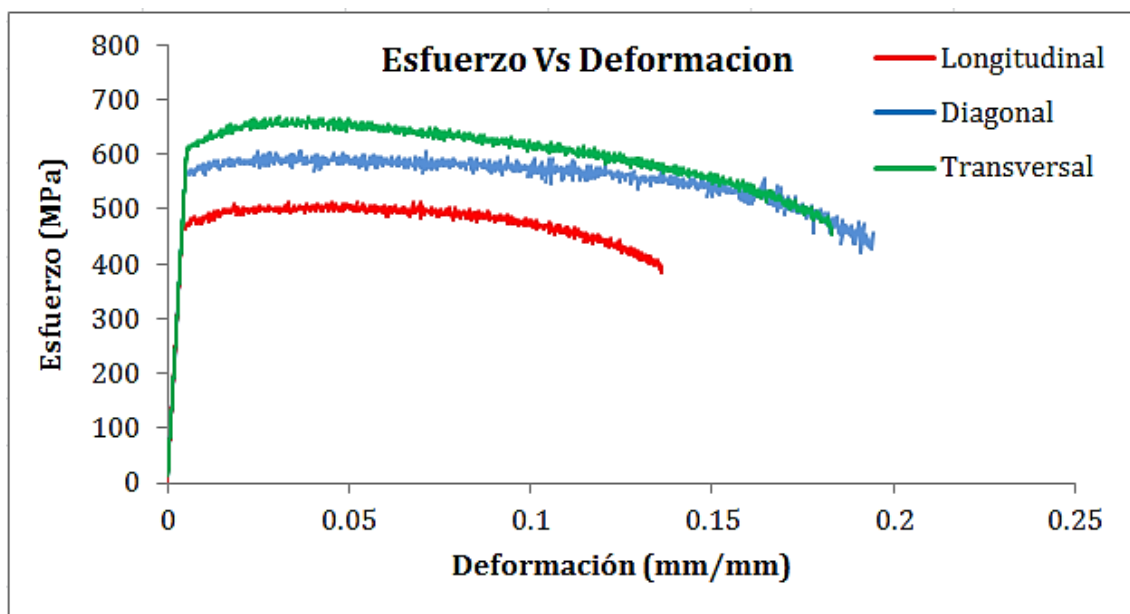


Figura 53) Curvas esfuerzo-deformación del titanio aleado en distintas direcciones respecto al eje de laminación.

En la Tabla 5 se presentan las principales propiedades a tensión para cada orientación. La dependencia del límite elástico con la orientación está, probablemente asociada con la textura cristalográfica presente, ya que es bien conocido en las aleaciones de titanio que la orientación del plano basal de la fase α con respecto a la dirección de aplicación de la carga ejerce una marcada influencia sobre las propiedades mecánicas [30]. Por otra parte, S. Surie [31] considera que el origen de esta anisotropía se debe al relativo desalineamiento de los sistemas de deslizamiento entre las fases α y β . El esfuerzo máximo se alcanzó en la muestra transversal con 650 Mpa resultando un endurecimiento por deformación, por lo que se requirió un mayor esfuerzo para seguir con la deformación plástica.

Tabla 5. Propiedades mecánicas de la aleación de titanio como se recibió derivadas de tensión.

Dirección	Esfuerzo 0.2% (Mpa)	UTS (Mpa)	Esfuerzo Fractura (Mpa)	Deformación %	Dureza HV0.2
Longitudinal	455	499	391	25.4	146.6
Diagonal	560	590	431	31.6	
Transversal	610	650	462	31.9	

La figura 54 muestra la microestructura inicial de la aleación de Titanio utilizada en esta investigación. La microestructura se compone de una mezcla de fases α y β . La morfología de la fase α es laminar (blanco) y entre las laminillas de α existen áreas oscuras delgadas correspondientes a la fase β [26].

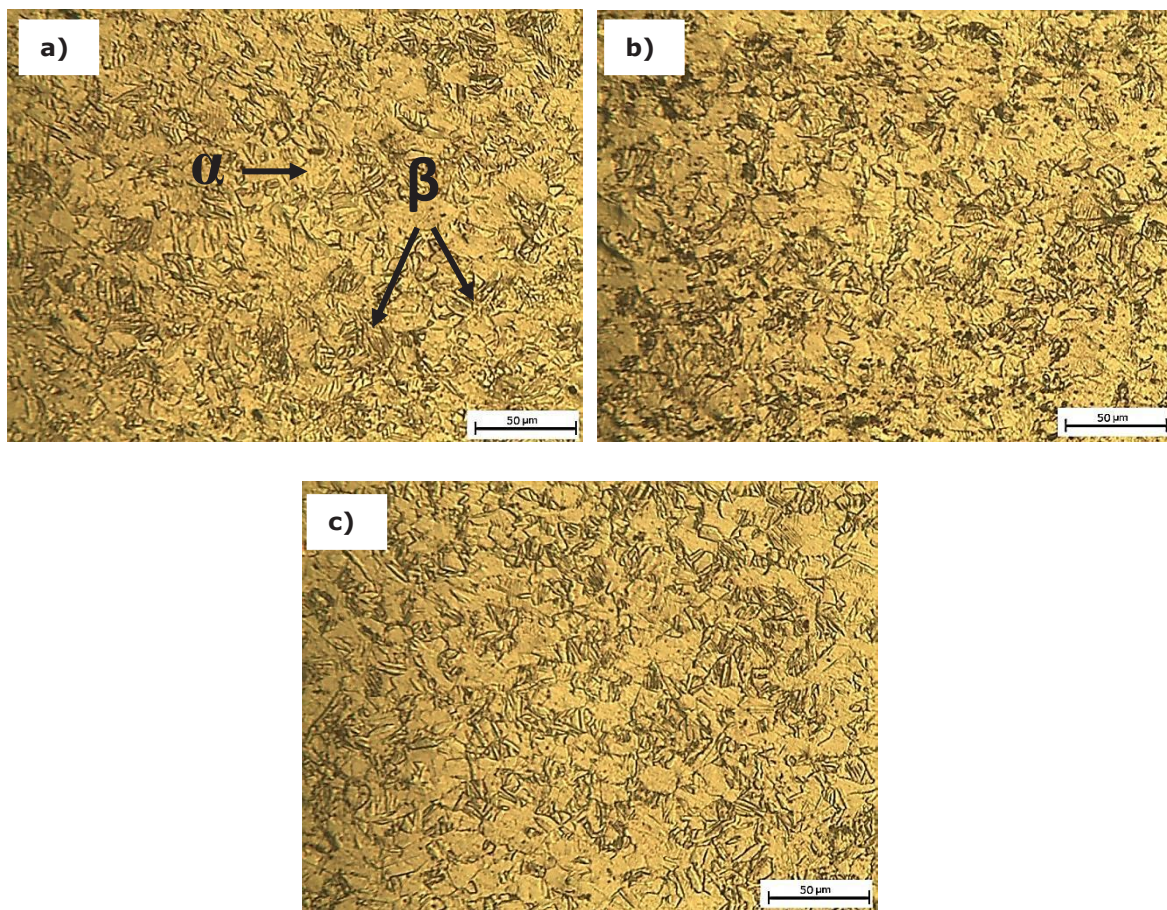


Figura 54) Micrografías de la microestructura inicial antes de ensayo de tracción en distintas direcciones
a) Diagonal 45°, b) Longitudinal 0° y c) Transversal 90°.

Debido a que el titanio presenta distinta magnitud en su vector de Burgers, la cual depende de los elementos aleantes y su transformación alotrópica, se determinó el cálculo de energía de activación para ambas magnitudes. ‘

La energía de activación para el flujo plástico de Titanio derivado del ensayo de tensión se muestra en la figura 55, Mediante la ecuación (3) y con el vector de Burgers, $\lambda_{\perp} = 2.95 \times 10^{-10} m$ se determinó la energía de activación correspondiente a cada deformación. En este punto, es notable observar que el intervalo de energía de activación para el flujo plástico es menor en la dirección longitudinal (0.47%) y dicho flujo es mayor en la dirección transversal (0.65%); es decir a mayor esfuerzo aplicado a velocidad de cruceta constante se requiere mayor energía para activar el movimiento de dislocaciones en la dirección transversal. Por otra parte la muestra maquinada en dirección diagonal mostró un intervalo de energía de activación medio es decir (0.55%).

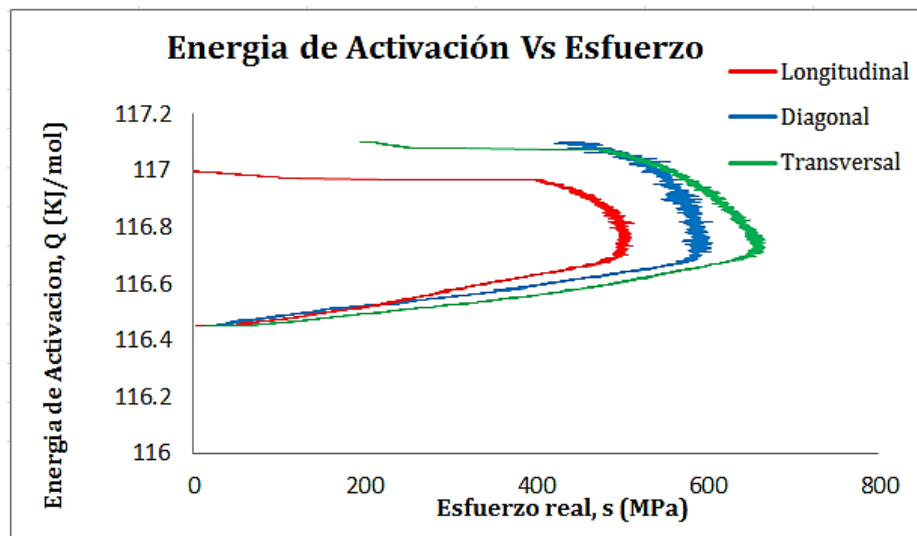


Figura 55) Variación de la energía de activación de flujo plástico derivado del ensayo de tensión para el titanio aleado con vector de Burgers $\lambda_{\perp} = 2.95 \times 10^{-10} m$.

La variación de la energía de activación para el flujo plástico en tensión para el Titanio aleado y con un vector de Burgers, $\lambda_{\perp} = 5.53 \times 10^{-10} m$ se muestra en la figura 56. Con esta magnitud de vector se requiere menor energía para activar el mecanismo de deformación por movimiento de dislocaciones; el intervalo de energía es menor comparado con el que se ilustra en la figura 55, ya que para comenzar la deformación plástica se necesita aproximadamente 115.15 KJ/mol.

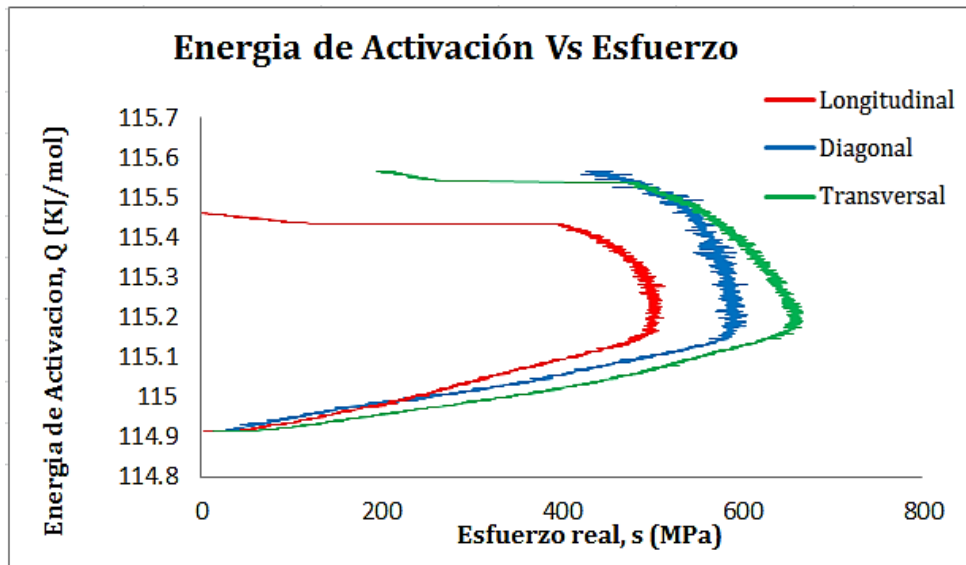


Figura 56) Variación de la energía de activación de flujo plástico derivado del ensayo de tracción para el titanio aleado con vector de Burgers $\lambda_{\perp} = 5.53 \times 10^{-10} m$.

La figura 57 ilustra, la variación del esfuerzo real respecto la rapidez de deformación durante la prueba de tensión a temperatura ambiente con una velocidad constante de la cruceta, se observó un mayor esfuerzo para la muestra cortada transversalmente, alcanzando un 30% sobre la muestra cortada longitudinalmente y solo un 10% por encima de la muestra diagonal.

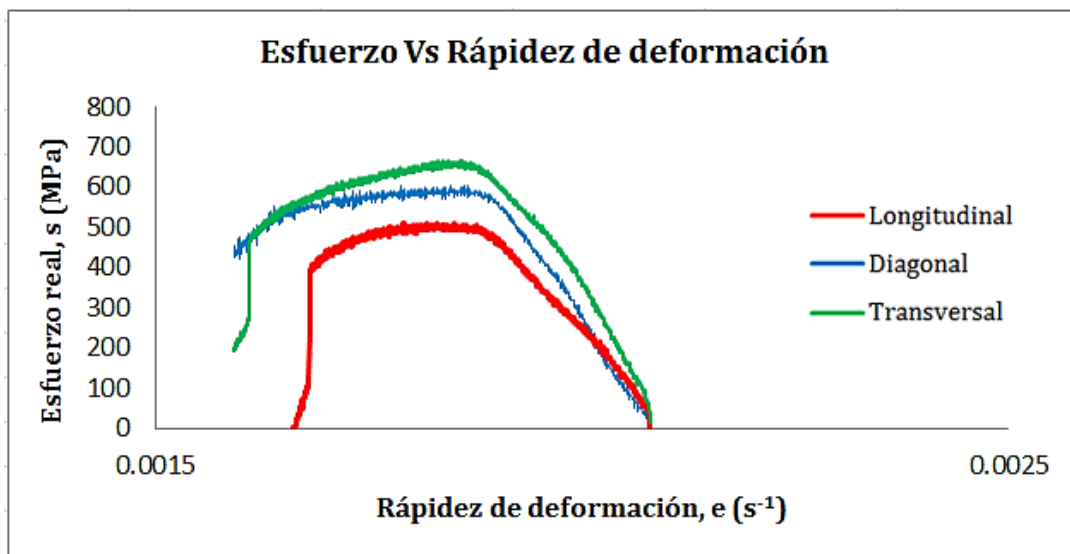


Figura 57) Variación del esfuerzo real respecto la rapidez de deformación derivado del ensayo de tracción para el titanio aleado.

Por otra parte se determinó el volumen activado (figura 58) asociado al movimiento de dislocaciones con la pendiente de la zona plástica correspondiente para cada dirección de maquinado, en la cual se observó que para la dirección transversal se tiene un menor movimiento de volumen, por lo cual se va requiriendo de mayor energía para continuar con la deformación.

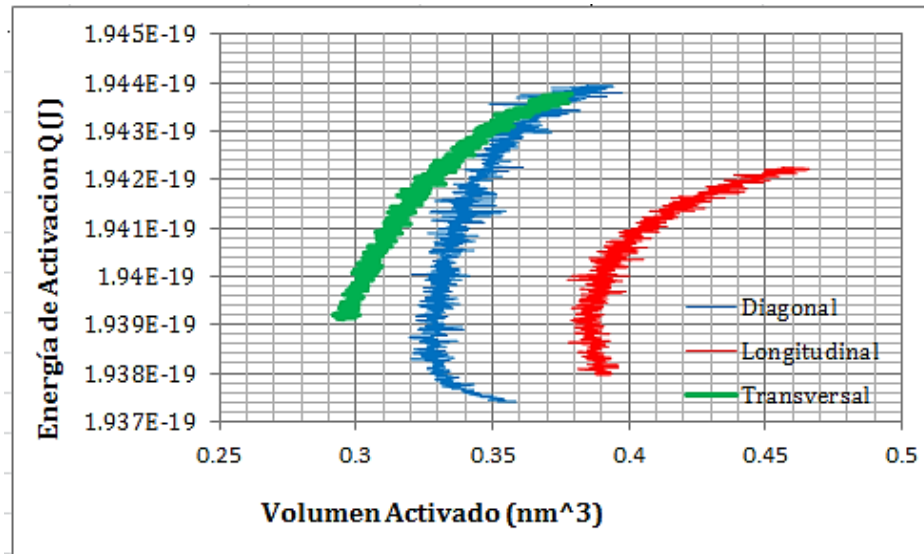


Figura 58) Variación del Volumén activado derivado del ensayo de tracción para el titanio aleado.

La figura 59 se ilustra el número de átomos que componen las dislocaciones, en el caso de la muestra maquinada en dirección longitudinal se tiene un movimiento de 31-37 átomos, para la dirección diagonal 28-31 átomos y para la transversal se tiene un movimiento de 24-30 átomos; por lo tanto en esta dirección se requiere de mayor energía de activación para continuar con la deformación plástica hasta llegar a la fractura.

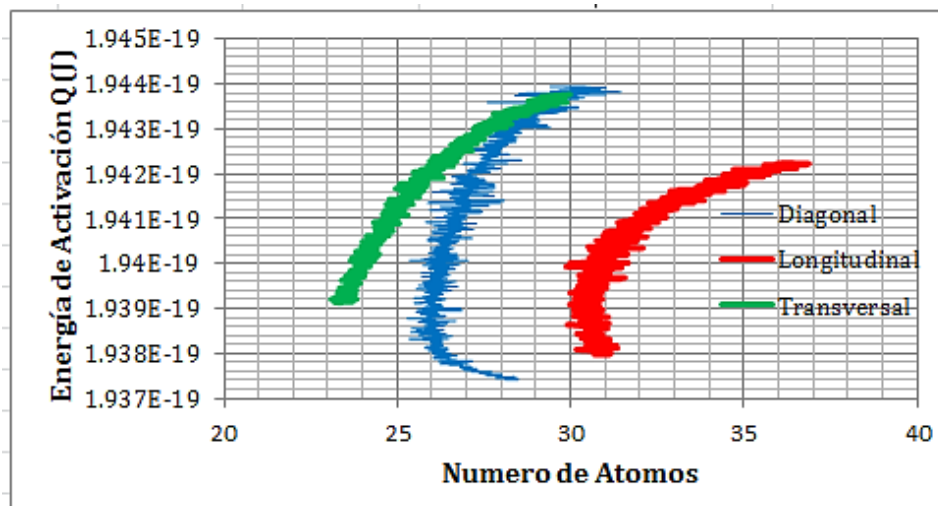


Figura 59) Variación de numero de átomos derivado del ensayo de tracción para el titanio aleado.

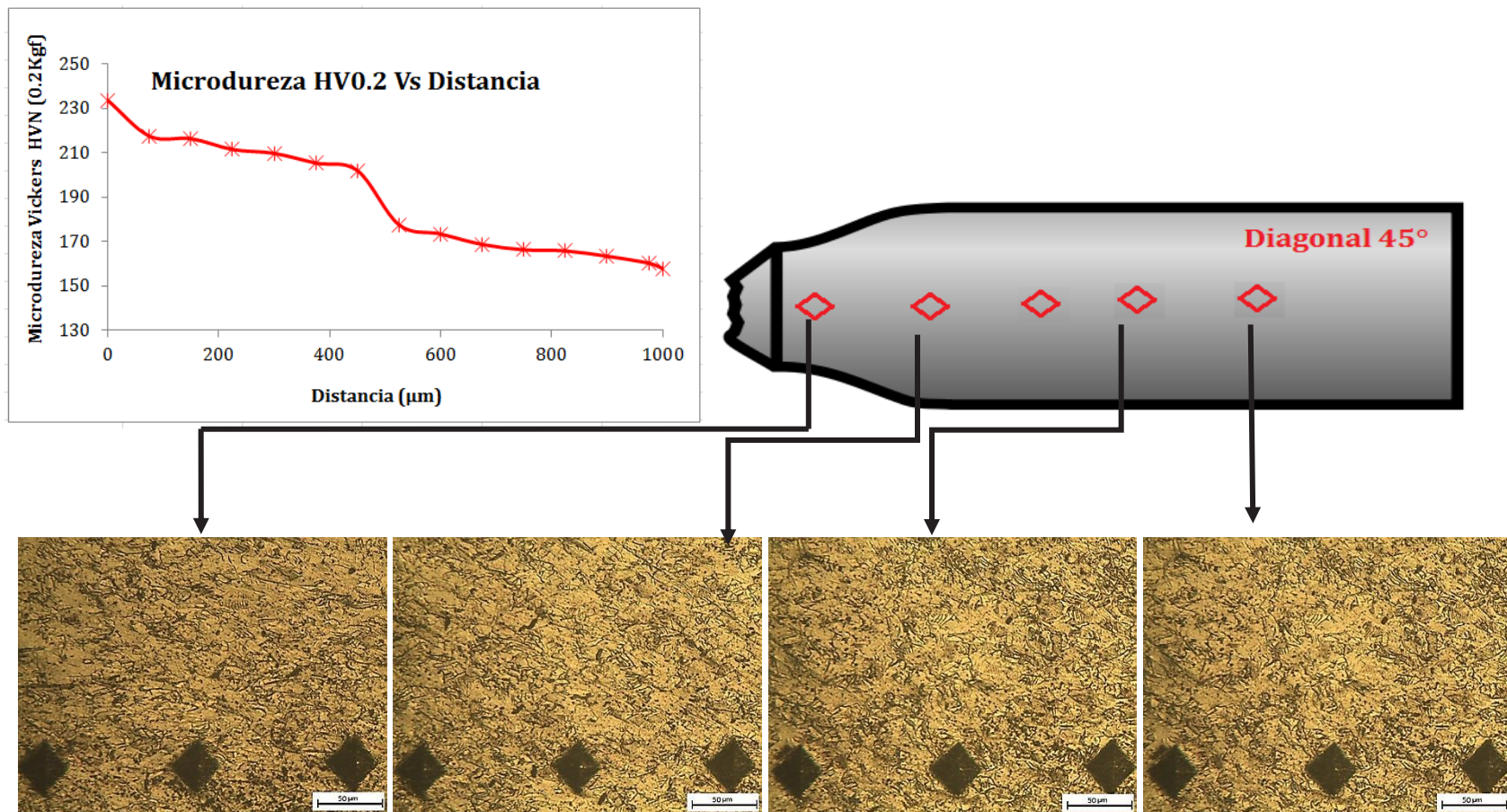


Figura 60) Evolución microestructural del titanio cortado en dirección diagonal bajo tensión y curva de microdureza Vs distancia

La figura 60 muestra la evolución microestructural del titanio aleado después del ensayo de tensión y perfil de microdureza aplicando una carga de 200 kgf con un espaciamiento de 75 μm entre cada huella, tomando como referencia la zona de menor deformación; de acuerdo con los resultados mostrados en el grafico se observó que las zonas más cercanas a la fractura mostraron una mayor dureza lo cual indica que el titanio endureció por deformación, ya que al ir acercándose hacia la zona de fractura incrementó su dureza hasta valores de 233.5 HV.

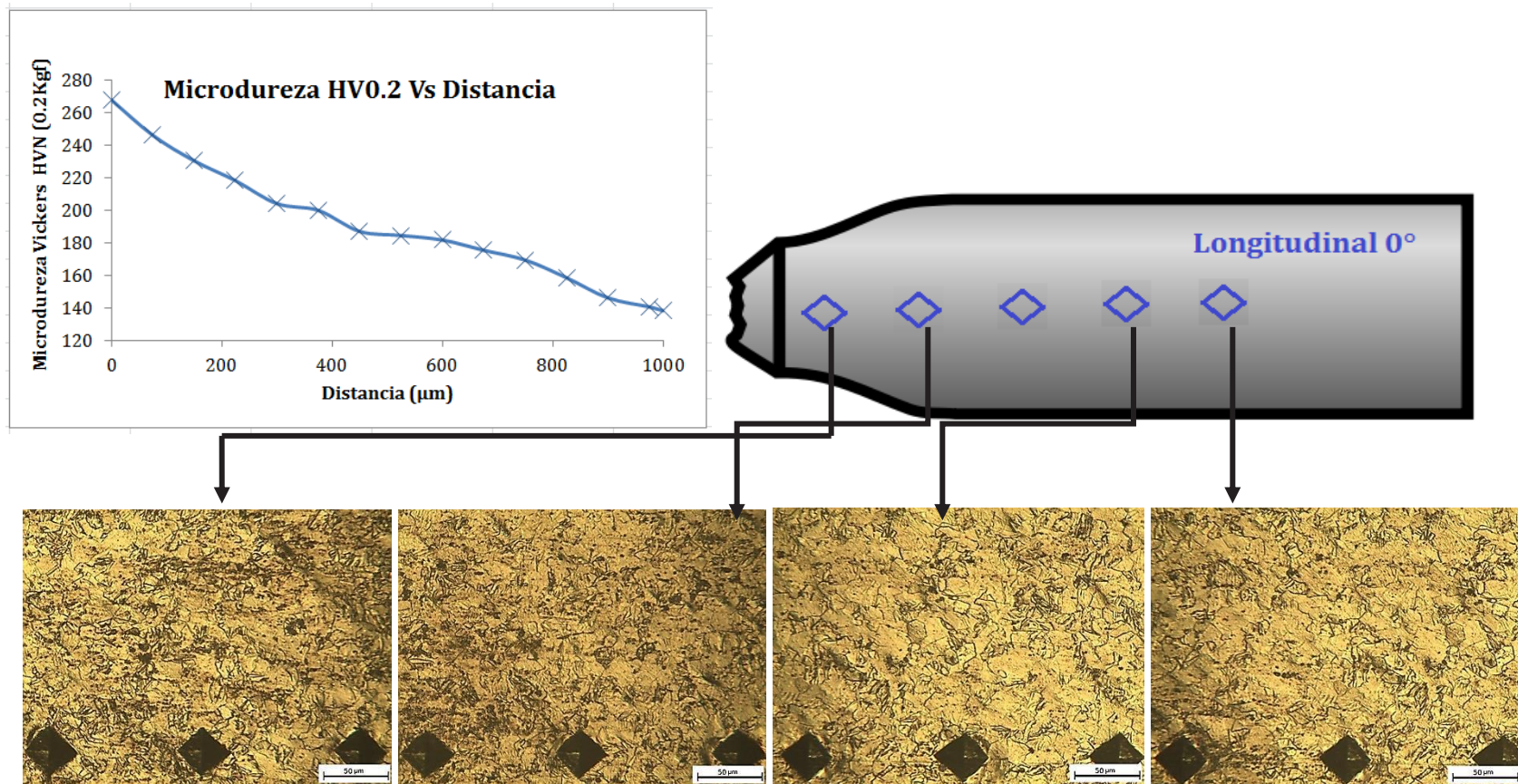


Figura 61) Evolución microestructural del titanio cortado en dirección Longitudinal bajo tensión y curva de microdureza Vs distancia

La figura 61 muestra los resultados de las pruebas de dureza Vickers y evolución microestructural después del ensayo de tensión en el titanio aleado a condición de fabricación, de acuerdo con las micrografías se observó un alargamiento y crecimiento en los granos con una orientación preferencial. Los resultados de las pruebas de dureza Vickers y tensión en la aleación mostraron un endurecimiento gradual hacia la zona de fractura e incremento en la resistencia a la cedencia a un valor de 455 Mpa.

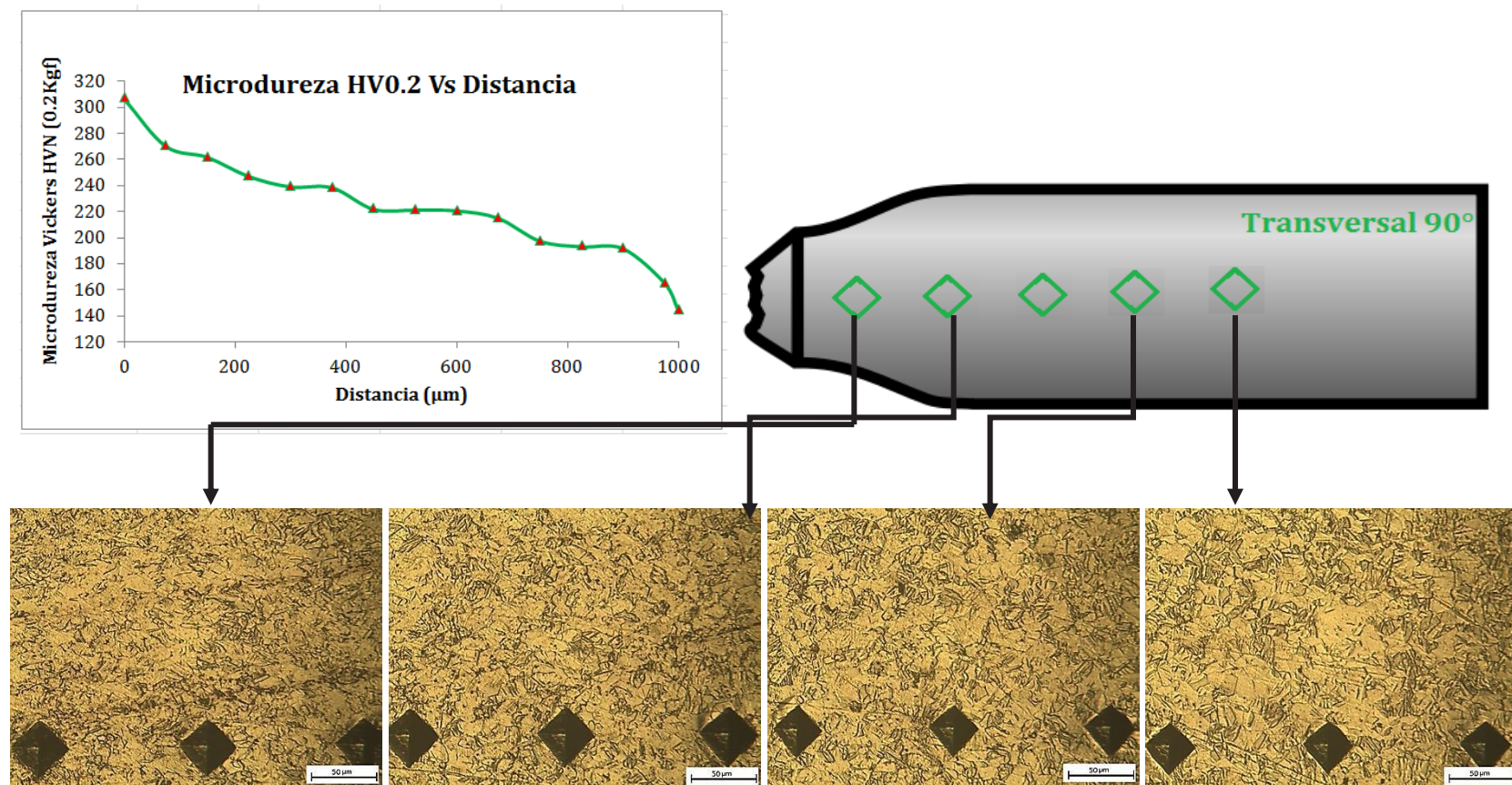


Figura 62) Evolución microestructural del titanio cortado en dirección transversal bajo tensión y curva de microdureza Vs distancia

La figura 62 muestra las observaciones mediante microscopía óptica en el titanio maquinado en dirección transversal respecto al eje de laminación, mostrando una deformación en la microestructura ya que los granos pierden su forma equiaxial tornándose cada vez muy alargados hacia la zona de la fractura. De acuerdo con los resultados obtenidos del grafico microdureza respecto la distancia entre huellas, el titanio se deforma hasta un 31.9% durante el ensayo de tensión.

La figura 63 ilustra la curva esfuerzo-deformación real para el titanio maquinado en dirección diagonal (45°) respecto al eje de laminación, en dicha curva se muestra la evolución microestructural que sufrió el titanio después del ensayo de tensión a distintas etapas identificando de manera puntual la deformación plástica local incrementando de manera gradual hasta la fractura.

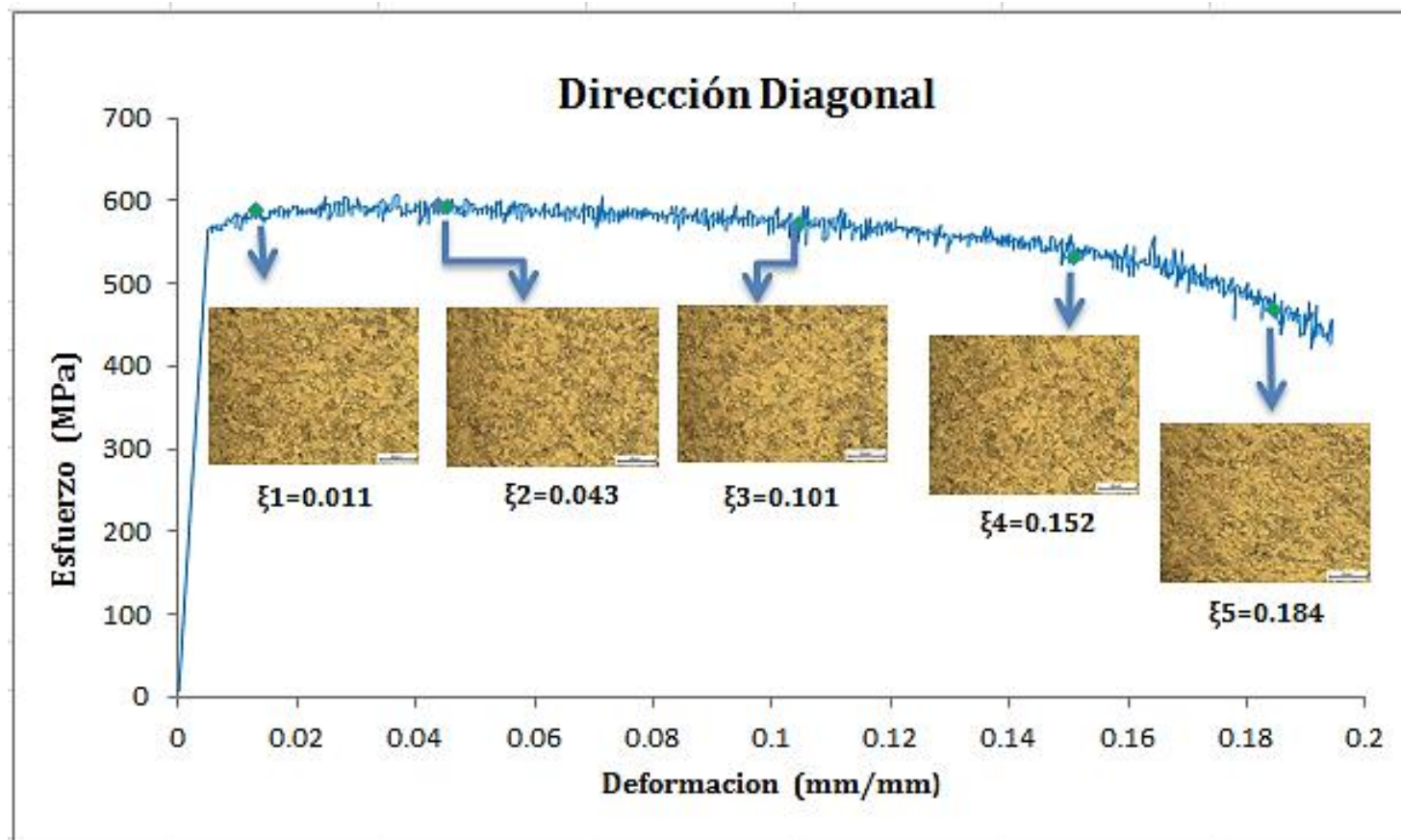


Figura 63) Evolución microestructural de la zona de mayor deformación a menor deformación de muestra diagonal

La figura 64 ilustra la deformación plástica local del titanio aleado después del ensayo de tensión, el cual mostro que la deformación en la zona plástica no es homogénea, ya que al ir incrementando la carga para poder llegar a la fractura del titanio, incrementa de igual manera la deformación local. Como se mostró en las figuras 57-59 la dureza incrementa a mayor deformación ya que el material sufre endurecimiento por deformación como la mayoría de los metales policristalinos.

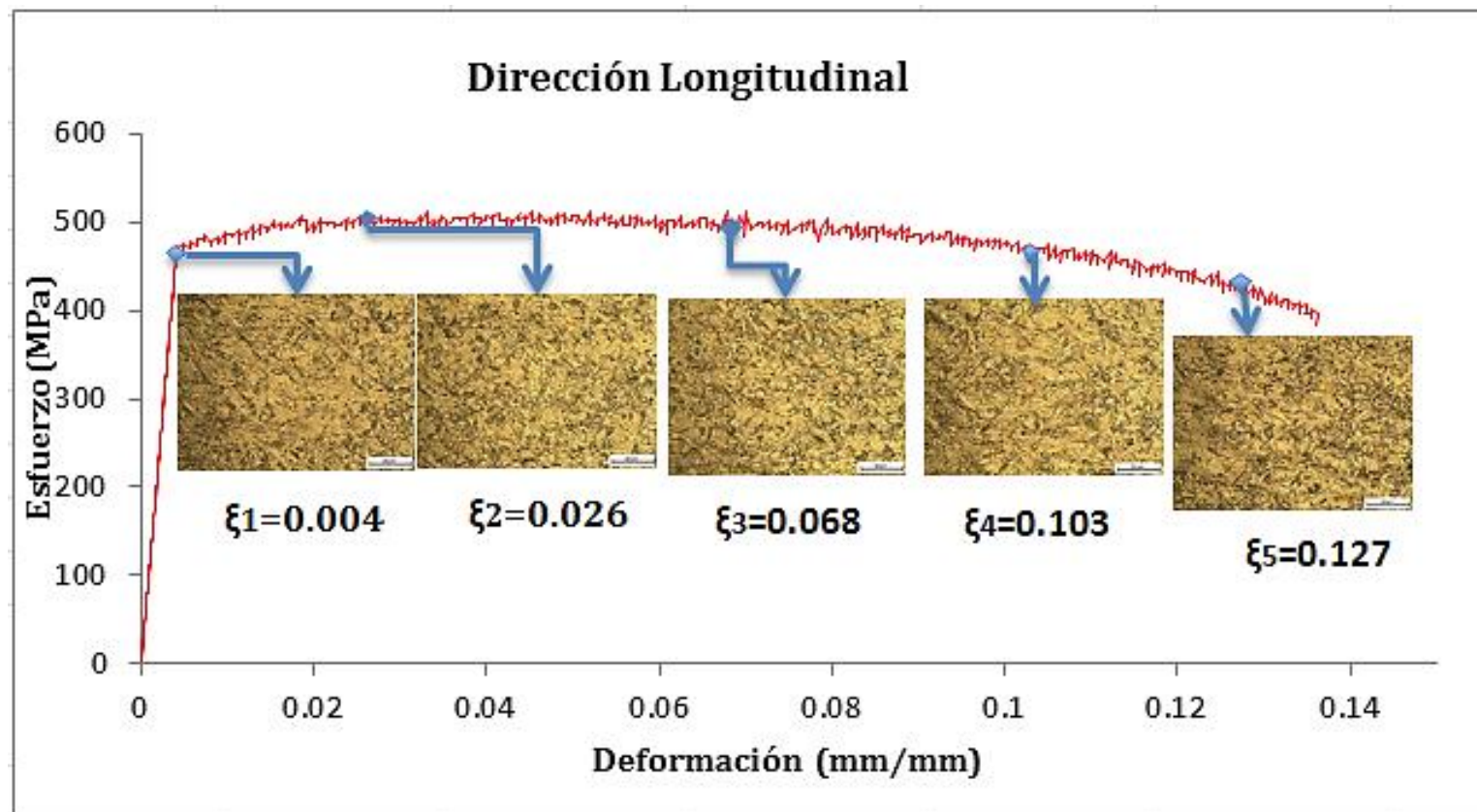


Figura 64) Evolución microestructural de la zona de mayor deformación a menor deformación de muestra Longitudinal.

La figura 65 muestra la evolución microestructural en conjunto con la curva esfuerzo-deformación real, en la que se muestra la variación de la deformación plástica local a cada etapa de esfuerzos aplicados durante el ensayo de tensión. Se muestra un endurecimiento gradual producido de acuerdo con las investigaciones por la fase α ya que dicha fase ejerce una marcada influencia sobre las propiedades mecánicas en el titanio [30].

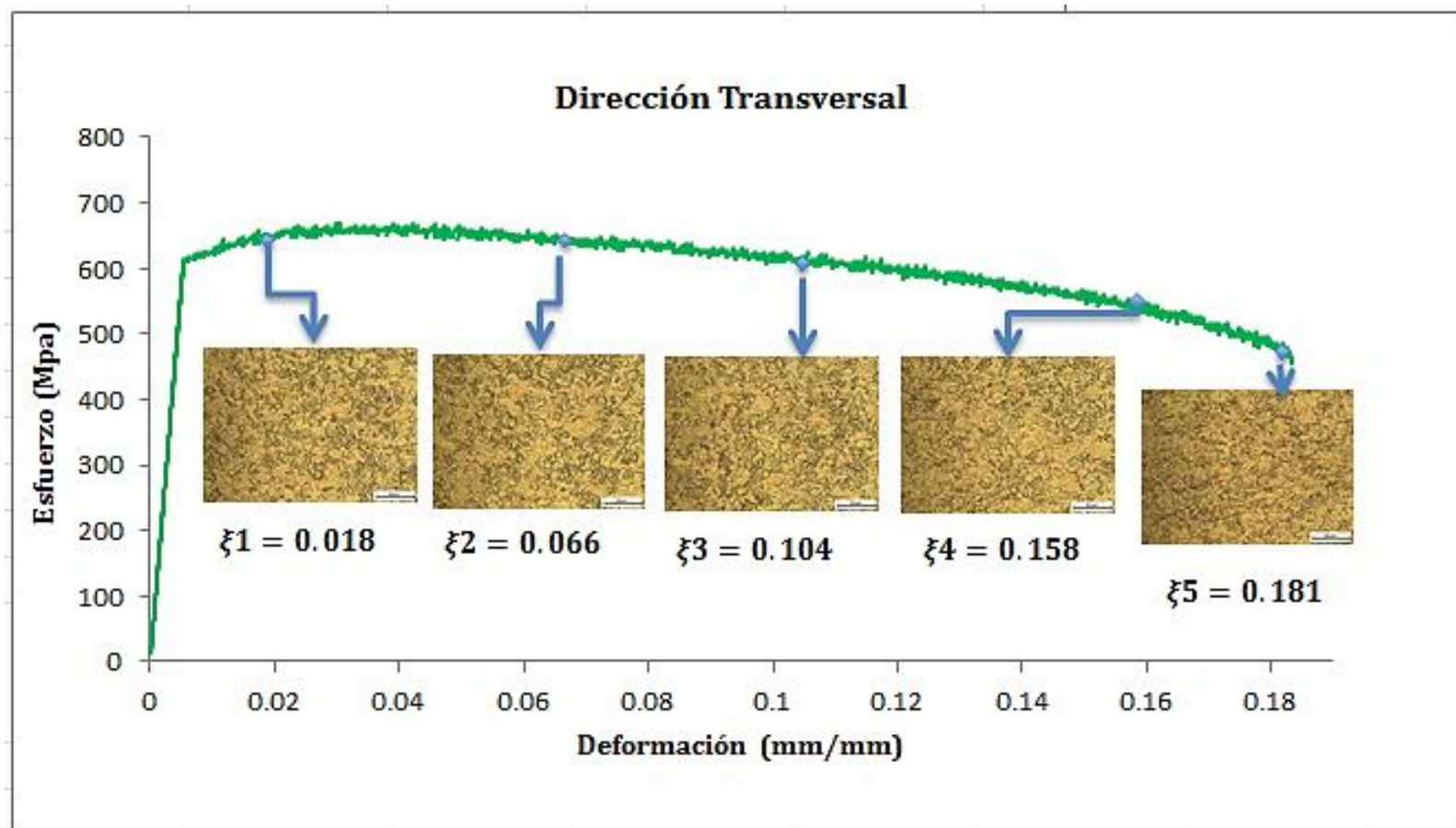


Figura 65) Evolución microestructural de la zona de mayor deformación a menor deformación de muestra transversal.

Resumiendo los resultados de endurecimiento local en los gráficos (63-65) presentados anteriormente, se muestra en la siguiente figura 66, la variación de la microdureza en función de la deformación local para cada dirección de maquinado respecto a su eje de laminación, la cual mostro una mayor dureza, pero un menor grado de deformación en la dirección transversal; por lo contrario se obtuvo la menor dureza y mayor deformación en la dirección diagonal, lo cual no es atractivo para esta investigación, ya que se busca que el material no se deforme tan fácilmente a esfuerzos altos.

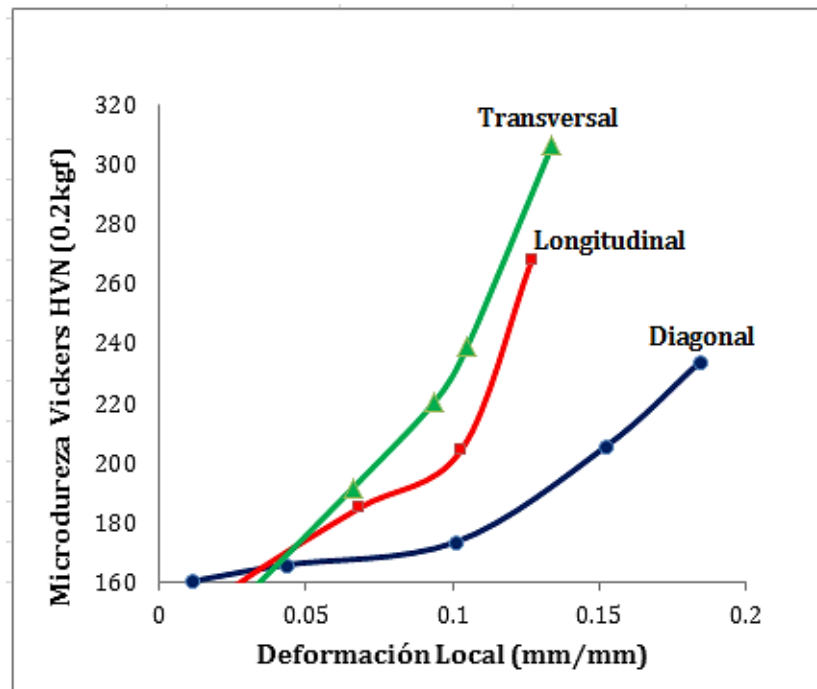


Figura 66) Curva de Microdureza Vickers Vs Deformación local para las tres direcciones de maquinado.

Discusión de Resultados

- ❖ La orientación cristalográfica juega un papel muy importante en las aleaciones bifásicas, ya que la dirección preferencial de los granos muestra una variación en las propiedades mecánicas las cuales están influidas por la interacción entre las dos fases. En el titanio utilizado para este estudio se mostró que presenta anisotropía la cual de acuerdo con investigaciones la fase α ejerce una marcada influencia sobre sus propiedades mecánicas [30].

- ❖ Utilizando el modelo matemático de Muñoz-Andrade y con la ecuación (3) fue posible determinar la energía de activación necesaria para determinar la energía asociada al movimiento de las dislocaciones durante el proceso de deformación plástica irreversible. Recientemente no se tienen datos reportados sobre la energía de activación para este sistema de aleación, por lo cual este estudio sirve de punto de partida para futuras investigaciones.
- ❖ De acuerdo con las evidencias correspondientes con la evolución microestructural del titanio después del ensayo de tensión mostró un endurecimiento gradual lo cual revela el endurecimiento por deformación típicamente presente en la mayoría de los metales.

Conclusiones Particulares

- Los resultados obtenidos en este estudio, indican que las probetas cortadas en dirección transversal con respecto al eje de laminación presentaron el mayor límite elástico, lo que anula los riesgos de deformación permanente. y la mayor ductilidad comparada con las correspondientes en la dirección longitudinal y diagonal.
- De los resultados mostrados a partir de los cálculos de energía de activación Q y con ambos vector de Burgers, se obtuvo para la dirección trasversal un mayor requerimiento de esfuerzos para iniciar el movimiento de dislocaciones y de esta manera continuar con la deformación plástica no homogénea hasta la fractura. Para las direcciones tanto diagonal como longitudinal la deformación plástica se activa a esfuerzos menores, comparados con la transversal.
- La evolución microestructural observada después de los ensayos de tensión revela un endurecimiento gradual hacia la zona de fractura lo cual indica que el titanio sufrió deformación por endurecimiento, en aleaciones bifásicas como es el caso del titanio utilizado para este estudio cada fase aporta a las propiedades del conjunto, por lo tanto la fase α , representa la mayor influencia sobre el comportamiento mecánico del titanio.

7.5 Corrosión de Titanio aleado

Resumen

El objetivo de este estudio fue evaluar la resistencia a la corrosión de la aleación de titanio Ti-6Al-4V, empleada como material de implante ortopédico en condición de tratamiento isotérmico en Sn a 2,10 y 30 h, además de una muestra testigo, las cuales se pre-acondicionaron en solución fisiológica durante 168 h [32] , por el método de extrapolación de Tafel se llevó a cabo en solución fisiológica Hanks 10x conteniendo 8 g/L NaCl, 0.4 g/L KCl, 0.2 g/L $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 0.185 g/L $\text{CaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 0.046 g/L Na_2HPO_4 , 0.06 g/L KH_2PO_4 , 1.0 g/L glucosa y 0.35 NaHCO_3 , con un pH de 7.51 a temperatura de 25°C y una tasa de barrido de 0.1 V/s. Para ello se utilizó el equipo AutoLab 30 y una celda electroquímica usando 3 electrodos, (1) electrodo de trabajo (muestra). (2) electrodo de referencia Ag/AgCl y (3) contraelectrodo de platino. A partir de las curvas de polarización de Tafel, se calculó la densidad de corriente (J_{corr}) y la velocidad de corrosión (V_{corr}) de acuerdo con el estándar ASTM G-102 [33]. Los resultados muestran una disminución significativa de la velocidad de corrosión de las probetas tratadas a 550°C por 2h en Sn respecto de la tratada a 550°C por 30h, lo cual evidencia que la fase α es el principal factor al cual se le atribuye que el material sufre un mayor deterioro a estas condiciones microestructurales.

Parámetros del ensayo

Geometría: Figura 6

No de Probetas utilizadas: 4

Campo de -400 mV a 400 mV

Velocidad de barrido 0.1 V/s

Solución fisiológica Hank's a Temperatura ambiente 25°C – pH 7.51

Resultados

En la figura 67 se observa la curva de polarización correspondiente al titanio testigo, donde se observó que las ramas tanto anódica como catódica presentaron un comportamiento típico de Tafel con un E_{ocp} de -0.20 V, mostrando de igual forma la microestructura correspondiente a esta condición.

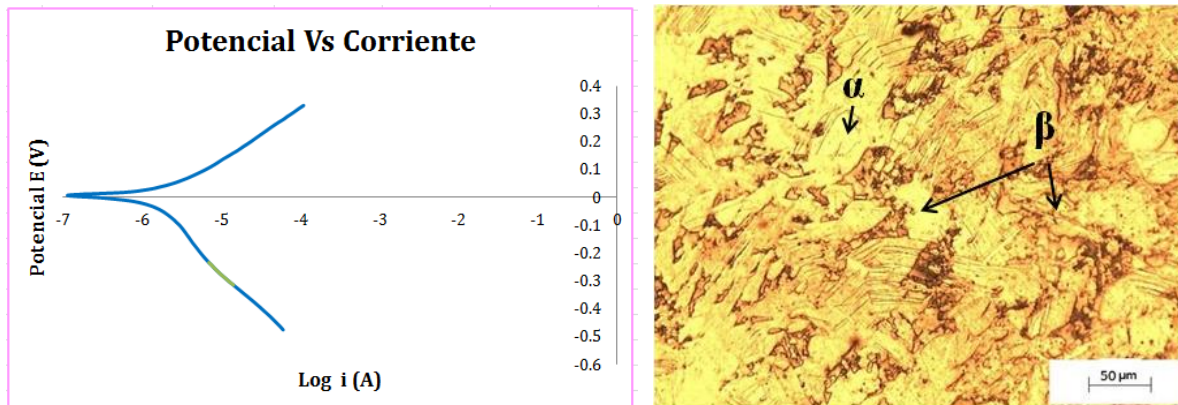


Figura 67) Curva de polarización en solución Hanks a 25°C a PH 7.51 del titanio testigo.

Para las muestras tratadas isotérmicamente a 2, 10 y 30 h se observa un comportamiento similar para el titanio, para la muestra tratada por 2h (figura 68) el E_{corr} estuvo en un rango de 300 a -200 mV y el E_{ocp} de -0.32 V.

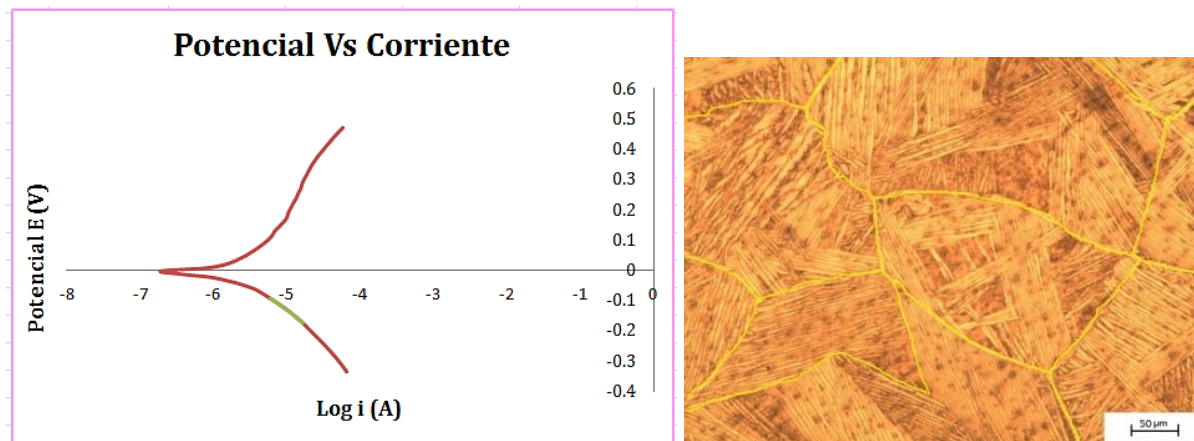


Figura 68) Curva de polarización en solución Hanks a 25°C a PH 7.51 del titanio TTI 550°C en Sn por 2h.

De acuerdo a los resultados reportados en las figuras 69 y 70, se observa un comportamiento muy similar para ambas curvas, sin embargo el E_{corr} para la muestra tratada isotérmicamente por 10h se encuentra en un intervalo de 100 a -200 mV, siendo este menor respecto a los valores encontrados para las condiciones de 2h y 30h de calentamiento. En general el potencial de corrosión muestra una tendencia a incrementarse, al ir prolongando el tiempo de tratamiento isotérmico en estaño.

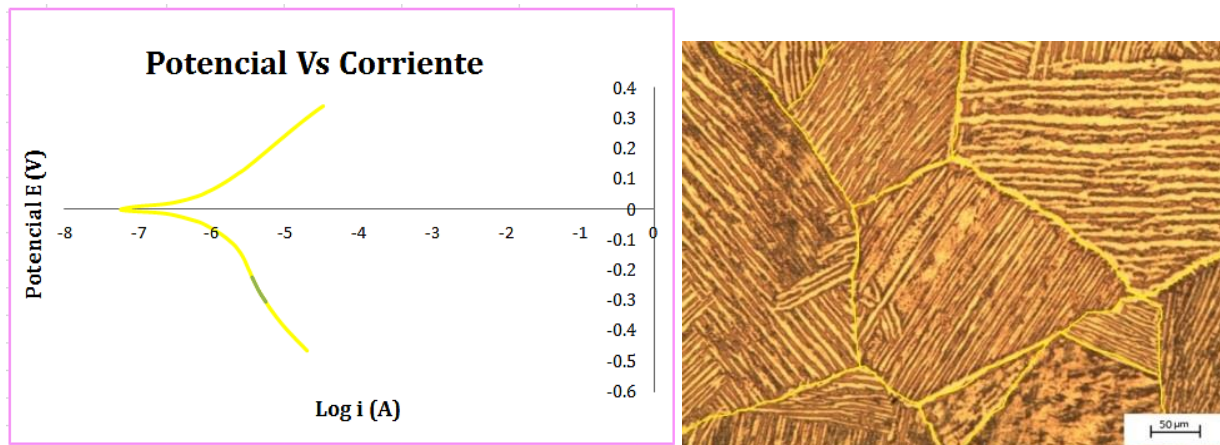


Figura 69) Curva de polarización en solución Hanks a 25°C a PH 7.51 del titanio TTI 550°C en Sn por 10h.

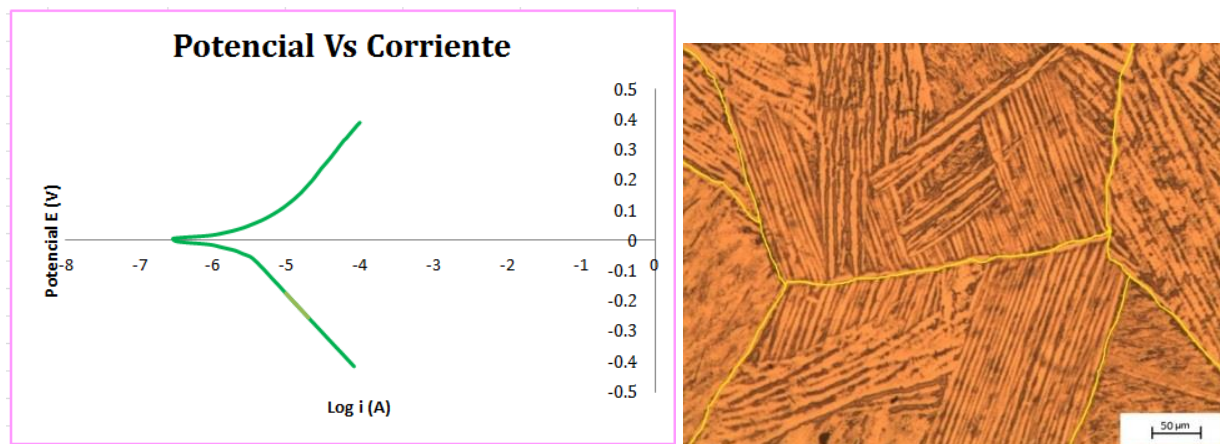


Figura 70) Curva de polarización en solución Hanks a 25°C a PH 7.51 del titanio TTI 550°C en Sn por 30h.

En la figura 71, se presentan las curvas Tafel, la cuales exhiben en general el mismo comportamiento, observando un desplazamiento hacia la izquierda y hacia abajo de las muestras que fueron tratadas isotérmicamente por 2h y 30h respecto de la testigo, por lo que presentó un incremento en la demanda de la corriente para los dos tiempos, en comparación con el titanio tratado a 10h y testigo que mostraron curvas próximas entre sí, mostrando una tendencia conforme se incrementó el tiempo de calentamiento.

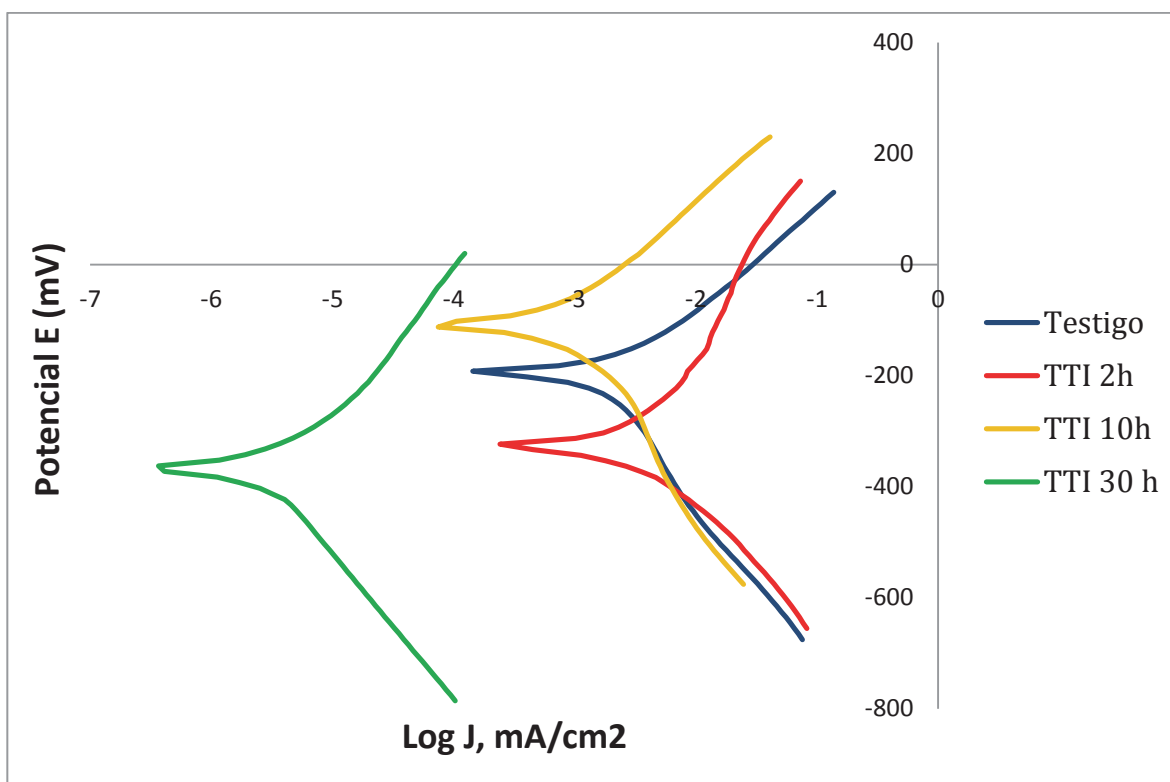


Figura 71) Curvas de extrapolación de Tafel en muestras de Titanio pre-acondicionadas en solución Hanks

Trazadas las curvas de polarización, las pendientes de Tafel se determinaron por extrapolación de las zonas catódicas y anódicas, del análisis de las curvas obtenidas se determinó la densidad de corriente (J_{corr}) y la velocidad de corrosión llevándose a cabo en solución fisiológica artificial Hanks. Los resultados se muestran en la tabla 6.

Tabla 6. Velocidad de corrosión en muestras de titanio preacondicionadas en solución Hanks 168h.

CONDICIÓN	J_{corr}	V_{corr} (mm/Año)	V_{corr} (mpy/Año)
Testigo	4.79E-7	0.0041	0.1639
TTI por 2h	7.99E-7	0.0069	0.2734
TTI por 10h	3.19E-7	0.0027	0.1091
TTI por 30h	9.59E-7	0.0083	0.3281

El efecto de la microestructura sobre la resistencia a corrosión se muestra a partir de los resultados encontrados. Un factor determinante es la presencia de la fase α , esto se evidencia más fácilmente comparando los extremos del tiempo de tratamiento isotérmico.

Se encontró que el tratamiento isotérmico a 2h y 30h provocó un incremento en la J_{corr} en 66.8% y 89.3% correspondiente respecto al titanio testigo. Este comportamiento se atribuyó a la fase α , presente tanto en el límite como en el interior del grano [14].

Discusión de Resultados

- ❖ La corrosión es uno de los principales procesos que afectan la vida y el servicio de los dispositivos ortopédicos fabricados de materiales metálicos usados como implantes en el cuerpo. La aleación de titanio tiene la cualidad de formar sobre su superficie un óxido protector capaz de resistir los ataques químicos producidos por el ambiente biológico del cuerpo humano, sin embargo, a pesar de la presencia de esta capa de óxido en este estudio se demostró que el titanio sufre corrosión a distintas condiciones de tratamiento isotérmico.
- ❖ Mediante una comparación entre las curvas de polarización a distintos tiempos de tratamiento, se puede apreciar el efecto con el comportamiento electroquímico en el titanio aleado.
- ❖ Recientes investigaciones como la realizada por Yu [34] comprueban que después de someter el material a distintos procesos de tratamiento térmico para modificar las características microestructurales y adicionalmente modificar el tamaño de grano, Yu y sus investigadores realizaron pruebas de corrosión electroquímica en NaCl en las muestras de Titanio aleado tratadas térmicamente, encontraron que la presencia de la fase α genera un decremento en la resistencia a corrosión de esta aleación. Observaciones realizadas mediante MEB muestran que el fenómeno de picadura se presenta en la fase α , mientras que la fase β no presenta prácticamente ninguna presencia de este fenómeno. Esto implica que la resistencia a corrosión de la aleación bifásica Ti6Al4V está determinada fundamentalmente por la presencia de la fase α .

Conclusiones Particulares

- Los métodos electroquímicos son una de las principales maneras de estudio de la corrosión que hacen parte de las técnicas de laboratorio. Para medir la velocidad de corrosión del titanio en la solución fisiológica Hanks fue necesario conocer las curvas de polarización de Tafel.
- A partir de los ensayos electroquímicos efectuados no se tiene una clara tendencia respecto del tiempo de tratamiento isotérmico frente a la corrosión. Sin embargo, es posible concluir que las características microestructurales tienen una gran influencia en la resistencia a corrosión de la aleación de Titanio, en particular la presencia de la fase α .
- Se propone efectuar nuevas experiencias mediante MEB con el fin de correlacionar los resultados obtenidos.

7.6 Correlación de parámetros

Relacionando los resultados microestructurales, propiedades mecánicas, fractura y corrosión se determinó que los efectos del tratamiento isotérmico (TTI) a diferentes tiempos de tratamiento en estaño (2, 10 y 30h) produjo degradación microestructural y pérdida de propiedades mecánicas para tiempos prolongados; ya que se produjo engrosamiento de laminillas Widmanstätten, crecimiento de grano y reducción de resistencia a la corrosión, fatiga e impacto.

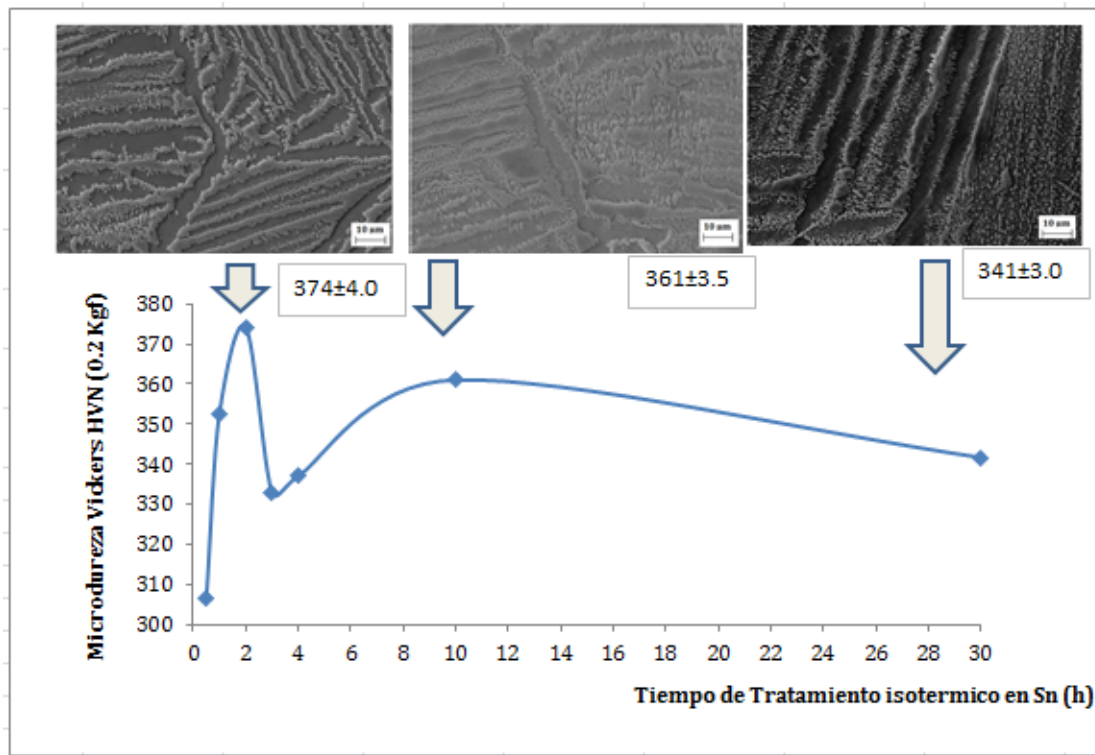


Figura 72). Curva de dureza Vs tiempos de tratamiento isotérmico por 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 y 30 horas en baño metálico de Sn

El engrosamiento de laminillas Widmanstätten se confirman mediante un análisis microestructural por medio de MEB y mediciones de distancia interlaminar. Se encontró un incremento de tamaño de grano para tiempos prolongados de tratamiento >10h. Además dichas mediciones cuantifican la presencia de la fase α (63%) presente en el titanio tratado térmicamente, lo cual genera valor tecnológico, pudiéndose usar para realizar estudios in vitro y determinar si las células osteoblástica prefieren proliferar sobre la fase α .

Con los ensayos de fatiga se encontró que la muestra tomada como testigo con microestructura de fabricación fue la que soportó mayor número de ciclos. Por otra parte las muestras que fueron tratadas isotérmicamente; se observó que al incrementar el tiempo de tratamiento disminuye el número de ciclos, lo cual significa que disminuye la resistencia a la fatiga o vida a fatiga provocando una disminución en el tiempo de vida útil de la aleación, ya que el material presenta degradación microestructural al ir prolongando el tiempo de tratamiento.

Por otra parte con las pruebas de impacto se confirma dicho comportamiento ya que se encontró una disminución de la energía absorbida Charpy para tiempos mayores de 10h de tratamiento isotérmico obteniendo fracturas de tipo fatiga tal y como se observa en la figura 73. Sin embargo las probetas recocidas a 650°C por 4 h mostraron las propiedades intermedias para evaluar a esta condición la resistencia a la fatiga, ofreciendo mejores resultados.

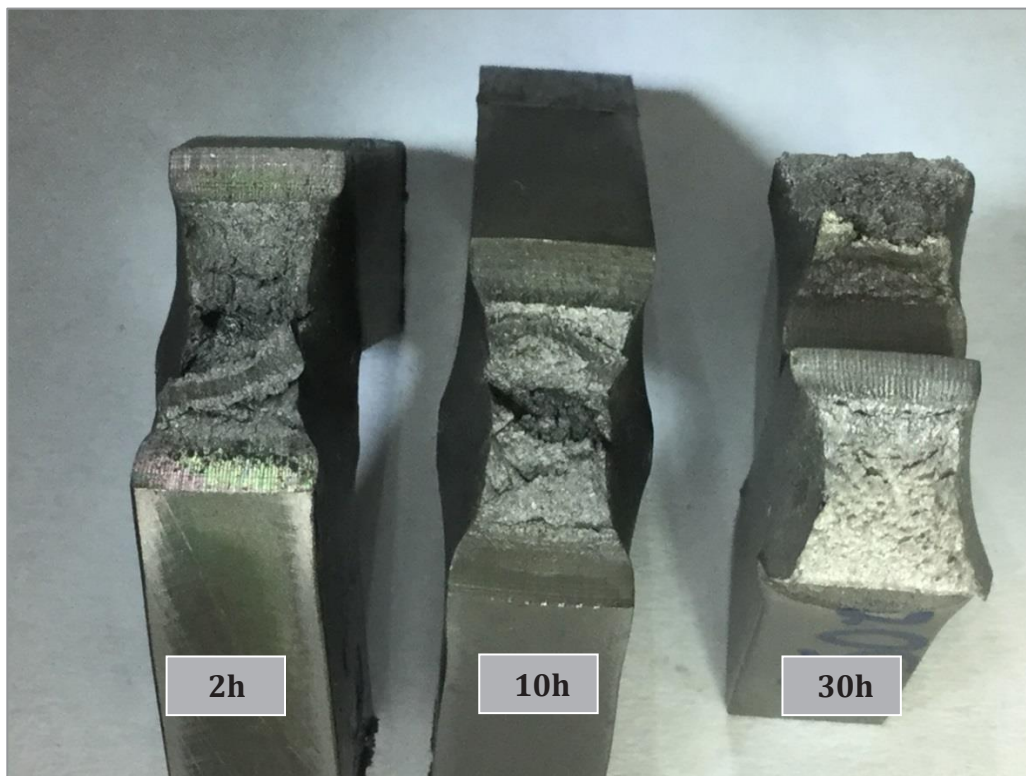


Figura 73). Fracturas obtenidas de impacto Charpy a distintas condiciones de TTI

De los resultados obtenidos de tensión, indican que las probetas cortadas en dirección transversal con respecto al eje de laminación presentaron el mayor límite elástico 610 MPa, lo que anula los riesgos de deformación permanente y la mayor ductilidad 31.9 % comparada con las correspondientes en la dirección longitudinal y diagonal.

Posteriormente se encontró que el tratamiento isotérmico provocó un incremento en la V_{corr} para los tiempos de 2 h y 30 h, en comparación con la tratada a 10h y muestra testigo. Este comportamiento electroquímico del titanio se atribuyó a la fase α , la cual se encuentra presente tanto en el límite como en el interior del grano, por lo tanto se puede concluir que esta fase actúa como centro de inicio de corrosión.

Verificación de la hipótesis

HIPÓTESIS

Con el diseño de un tratamiento térmico innovador se obtiene una microestructura bifásica en la aleación Ti-6Al-4V, la cual presenta propiedades mecánicas convenientes para una adecuada resistencia a la fatiga-corrosión, mismas que le otorgan las características apropiadas para aplicaciones biomédicas.

De acuerdo con los resultados obtenidos del tratamiento isotérmico a 550°C en Sn a un tiempo de 2h se obtuvo una microestructura constituida por una matriz de β y límites de grano de fase α , en el interior de los granos se muestran laminillas Widmanstätten de α con una determinada orientación preferencial. Las laminillas individuales de α dentro de cada colonia están separadas β , la cual presentó un buen comportamiento de vida a fatiga, resistencia a la corrosión e impacto. Por otra parte para tiempos >30h se presenta una degradación de propiedades, lo cual nos permite conocer el desempeño del material bajo esta condición y de esta manera predecir el comportamiento tras varios años de servicio.

8. CONCLUSIONES

Los efectos del tratamiento isotérmico a 550°C en Sn a tiempos de 2,10 y 30h en el titanio aleado y muestra testigo fueron cambios en su microestructura, propiedades mecánicas, fractura y resistencia a la corrosión de acuerdo con lo siguiente:

1. La evolución microestructural de la aleación de Titanio derivado del tratamiento isotérmico se dividió en dos etapas: un refinamiento de las láminas α para los primeros tiempos de tratamiento alcanzando la máxima dureza Vickers en pico durante dos horas en Sn. Una segunda etapa consideró el crecimiento del tamaño del grano y la fase de las láminas α , la reducción de micro-dureza durante más tiempo a partir de dos horas, dando como resultado una degradación microestructural.
2. Por otra parte, el uso del tratamiento isotérmico en baños de metal ahorro un paso de enfriamiento, y por lo tanto el tiempo de procesamiento. Esto podría ser un nuevo tratamiento especial para el titanio y sus aleaciones.
3. La permanencia a largos tiempos de tratamiento isotérmico >10h; generó un crecimiento de grano; un engrosamiento en las laminillas Widmanstätten α , lo cual repercute directamente con la reducción de resistencia a la fatiga atribuido principalmente a la formación y engrosamiento de estrías, además se propaga más rápidamente la grieta hasta llegar a la fractura de tipo fatiga.
4. Los resultados obtenidos en este estudio, indicaron que las probetas cortadas en dirección transversal con respecto al eje de laminación presentaron el mayor límite elástico, lo que anula los riesgos de deformación permanente. y la mayor ductilidad comparada con las correspondientes en la dirección longitudinal y diagonal. Lo cual se evidencio con los cálculos de energía de activación ya que se necesita de un mayor esfuerzo para activar los mecanismos de deformación.
5. La velocidad de corrosión en solución fisiológica Hanks a 25°C y pH 7.51 se incrementó con el tiempo del tratamiento isotérmico a 550°C. El comportamiento electroquímico en la solución se asoció en particular con el incremento en el tamaño de grano relacionado con el tiempo de tratamiento.

6. Para este estudio cada fase aporta a las propiedades del conjunto, por lo tanto la fase α , representa la mayor influencia sobre el comportamiento mecánico del titanio y resistencia a la corrosión.
7. Por lo tanto, el tratamiento isotérmico tiene la finalidad de acelerar el comportamiento microestructural y mecánico de la aleación base Titanio, para cuantificar los cambios que podrían generarse a través del tiempo bajo condiciones de servicio.

9. BIBLIOGRAFIA

- [1] A. Mahapatro, Bio-Functional Nano-Coatings on Metallic Biomaterials., (2015), pp. 1236-1378.
- [2] O. J. H.-F. H. H. y. G. E. Marchetti, Biomateriales en cirugía Ortopédica., Elsevier Masson., 2010, pp. 10-24.
- [3] J. F. Shackelford, Introducción a la ciencia de materiales para ingenieros., España-Madrid: Pearson Prentice-Hall, 2005, pp. 760-778.
- [4] K. H. T. L. y. K. a. K. Tatsuro Morita, Strengthening of Ti-6Al-4V alloy by Short-Time Duplex Heat Treatment, Japon: Materials Transactions, 2005, pp. 1681-1686.
- [5] H. K. a. Contributors., Mechanical Testing and Evaluation, vol. 8, 2000, pp. 79-86.
- [6] A. R. F. E. R. Rincón, Caracterización Mecánica del Sistema óseo, vol. II, J. M. Garcia, Ed., Villanueva de la Cañada, Madrid, 2004, pp. 129-134.
- [7] M. A. Lizardi, Sustitutivos de tejidos, de los biomateriales a la ingeniería tisular, España: Rev; R, Acad. Ciencias, exactas, 2007, pp. 1567-1610.
- [8] S. S. L. A. E. L. E. Murr, Microestructure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V produced by rapid-layer manufacturing, for biomedical applications, David-Taylor, Ed., University, Texas.: Elsevier, 2009, pp. 1734-1744.
- [9] A. G. L. I. P. M. Armendia, Análisis de la influencia del tratamiento termico en la maquinabilidad de aleaciones de Titanio, Asociación Española de Ingeniería Mecánica, pp. 78-82.
- [10] M. Niinomi, Mechanical properties of biomedical titanium alloys, Elsevier, 1998, pp. 231-236.
- [11] M. P. G. M. D. i. M. D. Adrián Cortés Méndez, Evaluación de la resistencia a la corrosión de aleaciones base Titanio, San Nicolás, N.L México., 2005, pp. 890-910.
- [12] J. N. Hirofumi Yoshimura, Ultra fine grain refinement and superplasticity of titanium alloys obtained through protium treatment, vol. 27, Japon: Pergamon International Journal of Hydrogen Energy, 2002, pp. 769-774.
- [13] J. H. J. Rack, Titanium alloys for biomedical applications, USA: Elsevier, 2005, pp. 1269-1277.
- [14] L. C. C. Román, Corrosion Resistance and Microestructure of hot formed Ti6Al4V grade ELI Alloy and their Relationship, Colombia, 2009, pp. 765-776.
- [15] J. George E. Dieter, Metalurgia Mecánica, Madrid: McGraw-Hill Book Company, 1967, pp. 320-323.
- [16] J. F. J. Gil, Aplicaciones biomedicas del Titanio y sus Aleaciones, Barcelona: Biomecanica Iriinales, 1993, pp. 34-37.
- [17] F. M. a. T. G. Langdon, The determination of the activation energy for superplastic flow, 375, 1976, pp. 313-316.
- [18] Dr. J. D. Muñoz Andrade. The Activation Energy for Plastic Flow in Spatially Extended Polycrystalline Systems during Tension test, México. Distrito Federal, 2008, pp. 81-84.

- [19] P. Rodriguez, Sixty years of dislocations, vol. 19, 1996, pp. 857-872.
- [20] ASTM F-136 Standard specification for wrought titanium-6Aluminum-4Vanadium ELI(Extra Low Interstitial) for surgical implant applications, USA, 2013.
- [21] M. R. Peter Pinke, Heat Treatment of the casted Ti6Al4V Titanium alloy., vol. 23, Budapest, Hungary, pp. 917-24.
- [22] I. B. H. D. P. B. C. W. C. ASTM International, ASTM Standard E384 Standard Test Methods for Vickers Hardness of Metallic Materials, United States, 1982 (reapproves 2003), pp. 309-314.
- [23] ASTM Standard E-8. Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials, 2004, pp. 153-160.
- [24] Standard Test Method for Strain-Controlled Fatigue Testing.
- [25] ASTM Standar E-23, Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2006.
- [26] A. A. N. A.-H. A. Reham Reda, Effect of Quenching temperature on the Mechanical Properties of Cast Ti-6Al-4V Alloy, vol. 2, Journal of Metallurgical Engineering, January (2013), pp. 48-54.
- [27] D. B. K. B. Rafael Menezes Nunes, ASM HandBook. Fractography, vol. 12, pp. 1821-1823.
- [28] ASTM Standard E-23. Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials, 2006.
- [29] J. M. M. A. y. A. M. M. Corzo, Anisotropía en el comportamiento a tracción de la aleación Ti-6Al-2Sn-6Mo, Madrid: Revista Metalurgica, 2005, pp. 26-34.
- [30] W. E. V. R. M.R.Bache, Characterization of mechanical anisotropy in titanium alloys, UK: Elsevier, 2011, pp. 139-144.
- [31] G. V. T. N. D. H. y. M. M. S. Surie, Acta Mater (1019-1034), 2000, p. 67.
- [32] A. S. D.A López, Caracterización superficial de acero inoxidable AISI 316L en contacto con solución fisiologica simulada., Madrid. España, 2004, pp. 721-724.
- [33] ASTM Standard G-102. Standard Practice for Calculation of corrosion rates and related information from Electrochemical Measurements, 1989, reapproved (2004).
- [34] L. Y. C. S. B. T. C.Y.Yu, Corrosión behavior of thermohydrogen processed Ti6Al4V alloy by dilatometry, vol. 32, Scripta Metallurgica, pp. 1353-1356.

10. APÉNDICE A. CONGRESO INTERNACIONAL DE MATERIALES: ABSTRAC



XXV INTERNATIONAL MATERIALS RESEARCH CONGRESS

MRS MATERIALS RESEARCH SOCIETY
Advancing materials. Improving the quality of life.



EFFECT OF THE HEAT TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TITANIUM ALLOY.

Teresa de Jesús Sánchez Rosas¹, Leobardo Portuguese Pardo¹, Juan Daniel Muñoz Andrade¹,

Miriam Aguilar Sánchez¹, Elizabeth Garfias García¹, Benjamín Vargas Arista².

¹Universidad Autónoma Metropolitana-Azcapotzalco. Av. San Pablo No. 180. Col. Reynosa Tamaulipas México Distrito Federal, C.P. 02200.

²Instituto Tecnológico de Tlalnepantla. Av. Instituto Tecnológico s/n. Col. La comunidad. Tlalnepantla de Baz Estado de México, C.P. 54070.

The main purpose of this work is the evaluation of the effect of sequential heat treatments of solubilized, quenching and heat treatment in different metallic baths on the microstructural evolution and hardness of bar titanium alloy. The characterization was performed by optical microscopy, scanning electron microscopy and Vickers hardness. The heat treatments consisted in to get the solid-solution of the titanium alloy at 1050 ° C x 1 h, then quenching by ordinary immersion in water and oil, respectively. Subsequently in a first stage, the heat treatment was applied in an conventional oven held at 550°C x 30 min. The results indicated that the oil was suitable cooling medium because the material reached a hardness of 346 HVN. In a second step, the solubilized was held to the same aforementioned conditions, except that the heat treatment was just exposing the material in a metallic bath using four different metals: Aluminum, zinc, bismuth and tin during 30 min. The microstructural and microhardness results showed that refinement microstructural derivative metal baths treatments, especially tin and zinc, thus achieving 355HVN microhardness values was obtained. In addition, from the results obtained, a heat treatment is applied by the exposing of titanium alloy, at different times of 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h, in the metallic bath zinc and tin, respectively.

Keywords: Metallic bath, Titanium, Microhardness

References:

1. H.J.Rack, Titanium alloys for biomedical applications, Elsevier, (2005).
2. K. a. Contributors., Mechanical Testing and Evaluation, vol. 8, (2000).
3. R.Rincón, Caracterización Mecánica de Titanio, vol. II, J. M. Garcia, Ed., Villanueva de la Cañada, Madrid, (2004)

Presenting author's email: tere.sanchez87@gmail.com



Mexico DF, June 2nd, 2016

Teresa de Jesus Sánchez Rosas

Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco

I am pleased to inform you that your contribution " **EFFECT OF THE HEAT TREATMENT ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TITANIUM ALLOY.**" by *Teresa de Jesus Sánchez Rosas, Leobardo Portuguez Pardo, Juan Daniel Muñoz Andrade, Miriam Aguilar Sanchez, Elizabeth Garfias García, Benjamin Vargas Arista*, has been **accepted** in symposium **E.4, Structural and Chemical Characterization of Metals and Alloys** at the XXV International Materials Research Congress, to be held in Cancun in August 14 - 19, 2016.

The presentation has been accepted in the **Oral Regular** modality. Remember that in order to include your abstract in the program book you must register before June 7th, 2016.

Organizers of the Symposium

"Structural and Chemical Characterization of Metals and Alloys"





XXV
INTERNATIONAL
MATERIALS
RESEARCH
CONGRESS (IMRC)
14-19 August 2016 / Cancún, México



Sociedad Mexicana
de Materiales A.C.



MATERIALS RESEARCH SOCIETY®
Advancing materials. Improving the quality of life.

The Organizing Committee
Acknowledges the Participation of

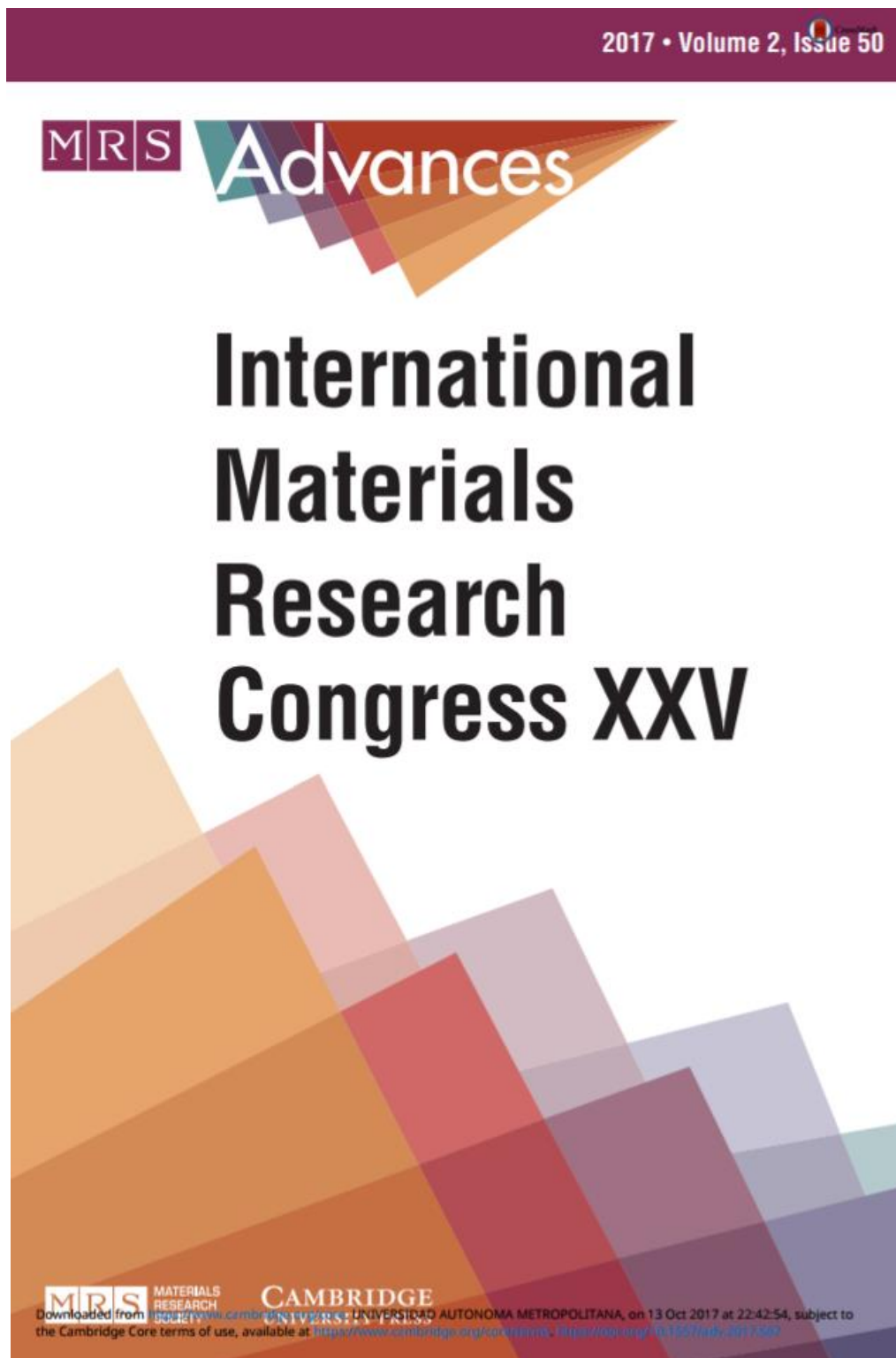
Teresa de Jesús Sánchez Rosas

in the

XXV International Materials Research Congress

Dr. José Gerardo Cabañas Moreno
PRESIDENT OF SMM

APÉNDICE B. PUBLICACION DE ESTUDIO



CONTENTS

Preface	v
-------------------	---

STRUCTURAL AND CHEMICAL CHARACTERIZATION OF METALS AND ALLOYS

Kinetic Study of the Growth of Hard Layers on a Low Carbon Steel	2809
Daniel S. Huerta, E.D. García Bustos, D.V. Melo Máximo, and M. Flores Martinez	
Electrochemical Assessment of X70 Steel With Non-conventional Heat Treatment	2819
L.R. Jacobo, R. García, V.H. López, and A. Contreras	
Microstructure and Mechanical Properties of Copper, Nickel and Ternary Alloys Cu-Ni-Zr Obtained by Mechanical Alloying and Hot Pressing	2831
C. Martínez, F. Briones, P. Rojas, S. Ordoñez, C. Aguilar, and D. Guzmán	
Effect of the Metallic Aging on the Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Alloy	2837
T.J. Sánchez-Rosas, J.D. Muñoz-Andrade, M. Aguilar-Sánchez, B. Vargas-Arista, and E. Garfias-García	
Aluminum Composites Reinforced With Graphite: A Densification and Mechanical Response Study	2847
J.M. Mendoza-Duarte, F.C. Robles-Hernandez, I. Estrada-Guel, C. Carreño-Gallardo, and R. Martínez-Sánchez	
Characterization Microstructural and Electrochemical of AgPd Alloy Bimetallic Nanoparticles	2857
A. Santoveña, C. Rodriguez-Proenza, J.A. Maya-Cornejo, A. Ruiz-Baltazar, D. Bahena, J. Ledesma, R. Pérez, and R. Esparza	

Effect of the Metallic Aging on the Microstructure and Mechanical Properties of Titanium Alloy

T.J. Sánchez-Rosas¹, J.D. Muñoz-Andrade¹, M. Aguilar-Sánchez¹, B. Vargas-Arista², E. Garfias-García¹.

¹ Universidad Autónoma Metropolitana Unidad -Azcapotzalco. Av. San Pablo No. 180. Col. Reynosa Tamaulipas México Distrito Federal, C.P. 02200.

² Instituto Tecnológico de Tlalnepantla. División de Estudios de Posgrado e Investigación. Av. Instituto Tecnológico s/n. Col. La comunidad. Tlalnepantla de Baz Estado de México, C.P. 54070.

*Email: tere.sanchez87@gmail.com

ABSTRACT

Different aging heat treatments were performed in a Titanium alloy using as aging media metallic baths in comparison to typical furnace aging. As first step, a Duplex Aging (DA) consisted of solubilization followed by quenching to room temperature after aging heat treatment in different metallic baths (Zn, Sn and Bi). A second procedure was Alternative Aging (AA) which consisted of solubilization and direct aging inside three different aforementioned baths. Microstructural aging variations begins at half hour until 30 h at 550°C inside metallic bath of Zn, Sn or Bi. Both kinds of aging promoted a microstructural variation and so on microhardness values. Microstructural analysis by Optical Microscopy showed a structural refinement after AA treatment. The highest hardness value of 375 HVN was achieved in Alternative Aging with Zn bath, which was found to be dependent on laminar α phase refining. Moreover, after AA treatment for 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h at 550°C in the metallic bath of Zn and Sn, the results indicated similar hardness values in different times, resulting in the fastest kinetic for Sn metallic bath at 2 h compared to that 4 h in Zn metallic bath. The observed increase in micro-hardness is not very attractive, it is recommended to use large aging times in order to stabilize final spacing of microstructural features in AA treatment.

INTRODUCTION

Titanium alloys are widely used for highly loaded aerospace components that operate at low to moderately elevated temperatures, including both air frame and jet engine components and biomedical applications for example prosthetic hip, femur replacement of damaged or worn, surgical materials, etc. [1]. High specific strength and corrosion resistance are the reasons for rapid growth of the titanium industry, very closely to the market for commercial and military jet aircraft [2]. Titanium alloys are considered biocompatible, because they are not rejected by the human body, by developing porous coatings of compositions similar to bone, known as hydroxyapatite ceramics, it is possible to make titanium prostheses are bioactive; i.e. natural bone can grow over the coating [3].

Titanium is a metal that undergoes allotropic transformation temperature of 882°C from a compact hexagonal structure (*hcp*) α phase to cubic structure in the body (*bcc*) β phase. Solubilization in β phase makes this alloy susceptible to heat treatment with total transformation. Titanium has the facility to dissolve in the crystal lattice other elements by substitution or interstitial dissolution, depending on the number of valence electrons of the element tend to stabilize one of the two allotropic phases. Its density is 4.5 g/cm^3 , this metal is known for its high melting point which is 1668°C, it has low coefficients of thermal expansion and conductivity [4]. The tensile strength and ductility are very low for pure titanium, however these can be increased with the addition of alloying elements [5]. The beneficial effects of Al additions were realized early on, and titanium-aluminum alloys were soon commercially available. Two alloys that are still widely used, Ti-6Al-4V and Ti-5Al-2.5Sn, were both developed in the 1950s. The Ti-6Al-4V alloy, in fact, accounts for more than half of the current U.S titanium market [6].

EXPERIMENTAL

Ti-Al-V alloy used for this investigation was received as a bar material with 12.5 mm diameter. The chemical composition and mechanical properties listed in Tables I and II respectively, which correspond to the standard ASTM F136 [7]. The specimens of Ti alloy were prepared to metallographic observation through grinding, polish and chemical etching in solution: 7.5 ml HF + 7.5 ml HNO₃ + 85 ml H₂O. The etching time was 2 to 5 s. Microstructure characterization was observed by optical microscope Olympus.

Table I. Chemical composition of the titanium alloy under study (% Wt).

Ti	Al	V	N	C	H	Fe	O
89.38	6.17	3.78	0.05	0.10	0.0125	0.30	0.20

Table II. Mechanical properties of the titanium alloy.

Material Condition	Hardness Vickers (200 gr)	$\sigma_{0.2}$ (Mpa)	UTS (MPa)	Elongation (%)
Metal Base	190	410	523	20

The specimens for several purposes were machined from the bar in cylindrical discs geometry with thickness of 3 mm, in order to perform the conventional, Duplex and Alternative aging heat treatments. Conventional aging specimens were solution treated at 1050°C for 1 h, followed by quenching in two different media: water and oil. Subsequently, aging heat treatment was carried out in the oven at 550°C for 30 min, followed by cooling to room temperature, as it is shown in figure 1a). In other way, a duplex aging (DA) was performed: the specimens were solution treated at 1050°C for 1 h, followed by quenching in

oil, and then performing the aging for 30 min in a metal bath using: a) Zn, b) Sn and c) Bi at 550°C, followed by cooling to room temperature, as it is shown in figure 1b). Also, an alternative aging (AA) was realized solubilizing β phase at 1050°C for 1 h, followed by direct aging during 0.5, 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h, using the same baths metallic, figure 1c). Finally, Vickers hardness testing with load of 200g_f was conducted on Wilson durometer model 1102 according to ASTM E384-2003 [8].

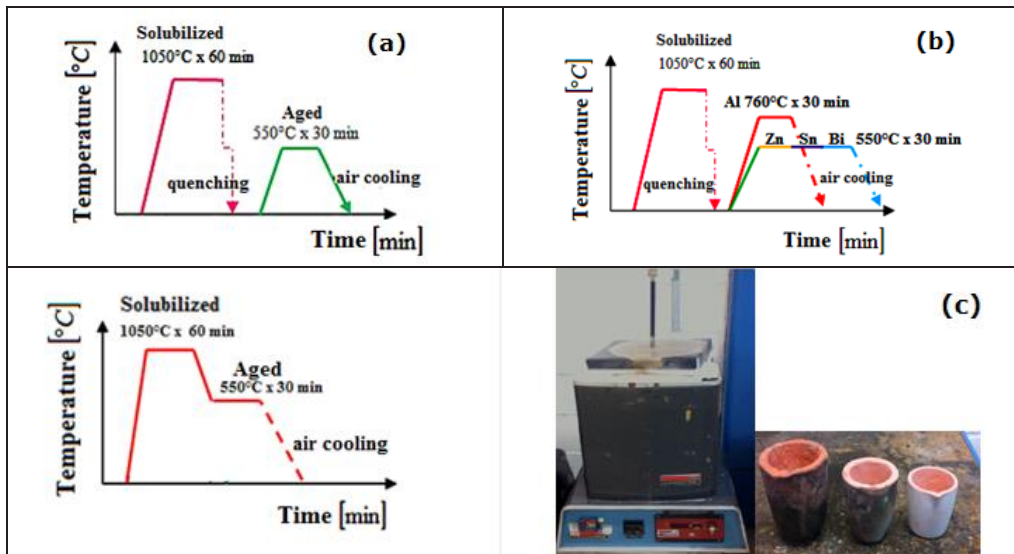


Figure 1. Heat treatment conditions: a) Conventional furnace aging, b) Duplex Aging (DA) and c) Alternate Aging (AA) in Zn, Sn and Bi metallic baths.

RESULTS AND DISCUSSION

Microstructures

Figure 2 shows the initial microstructure of the Titanium alloy used in this investigation. The microstructure is composed of a mixture of α and β phases. The morphology of α phase is lamellar (white) and between α phases exist thin dark areas of β phase [4].

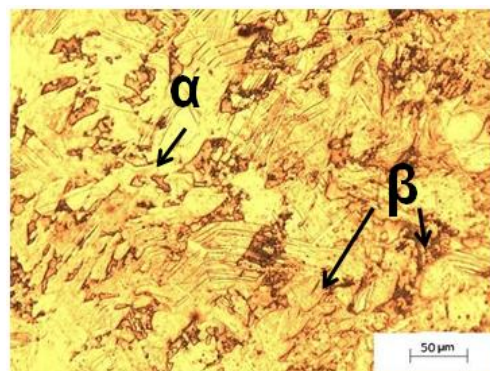


Figure 2. Initial microstructure of Ti alloy.

Figure 3 shows the micrographs of the Ti alloy after quenching in two different media: water (figure 3a) and oil (figure 3b) followed by conventional oven aging. In both cases, the morphology obtained is α lamellar phase and β phase.

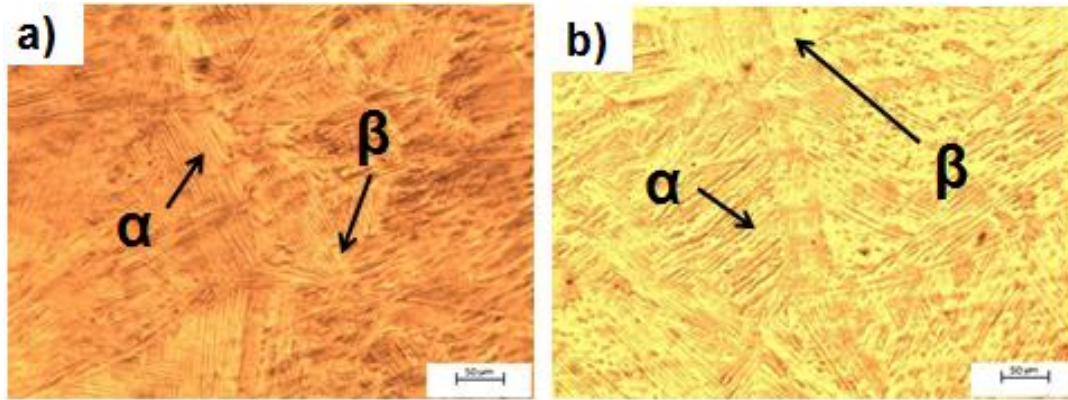


Figure 3. Micrographs of alloy conventional furnace aging: a) 1050°C / 1 h / water + 550°C/30 min and b) 1050°C / 1h / Oil + 550°C/30 min.

After duplex aging (DA) in different metallic baths, there were observed microstructural changes having an acicular α phase in dark areas (figure 4a) for Zn metallic bath. A few amounts of precipitates at grain boundaries and ordered lamellar α phase were observed in a matrix of retained β phase (figure 4b) for Sn metallic bath. Finally, major precipitates of α phase and parallel lamellae α phase were generated after Bi metallic bath immersion (figure 4c). Each packet of α lamellar microstructure was growing with the same orientation (parallel to each other) inside the grain until it meets other α colonies that grew in a different orientation. The individual α lamellar within each colony are separated by a retained β matrix [9].

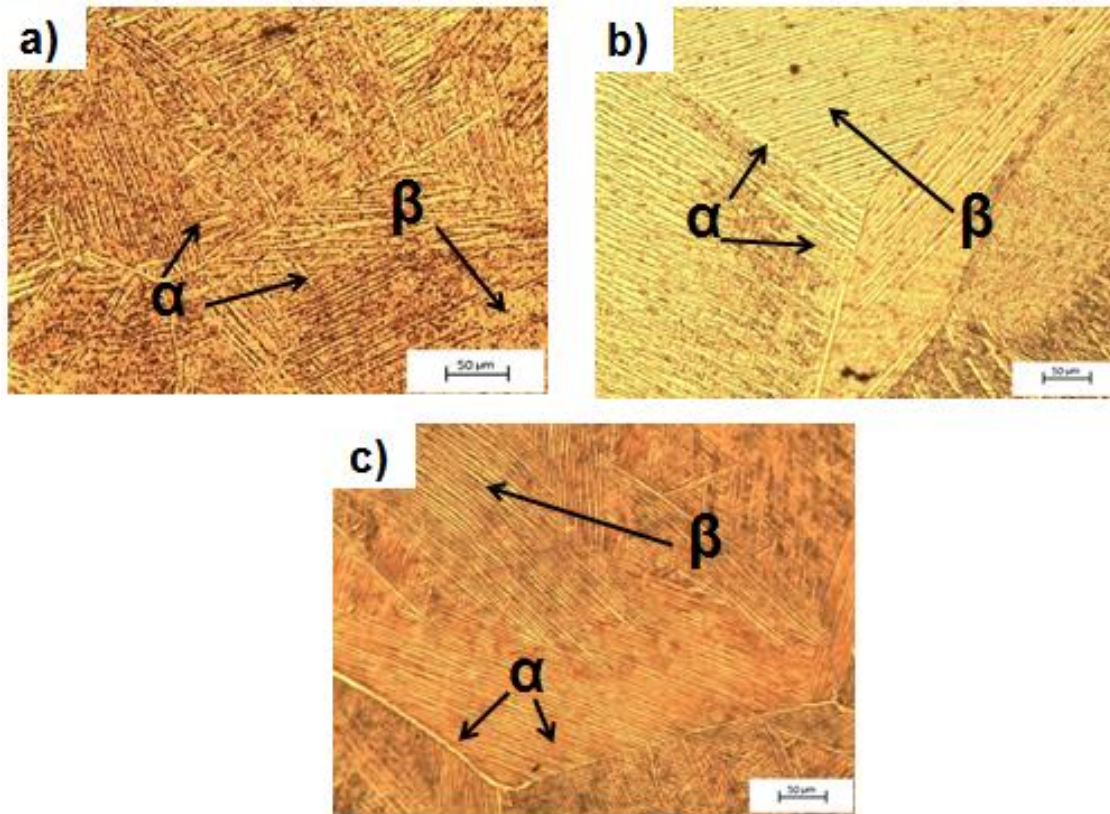


Figure 4. Micrographs alloy duplex aged (DA) showing α phase with different morphology at $1050^{\circ}\text{C}/1\text{h}$ / oil / $550^{\circ}\text{C}/30\text{ min}$ in different metal baths: a) Zn, b) Sn and c) Bi at 550°C .

Microstructure of Alternative Aging (AA) in the Zn, Sn and Bi metallic baths was formed by α precipitates at the grain boundaries in different amount and α phase laminar morphology with different refinement degree, both in β matrix phase, as can be observed in figure 5. Furnace aging microstructure showed coarse α lamellae and minor α precipitates amount (figure 5a). Precipitates quantity and α lamellae refinement were depended on metallic bath showing major precipitates and α fine lamellae for Sn bath (figure 5b). Zn and Bi baths produced medium α lamellar structures with less α precipitates amount (figures 5c and 5d).

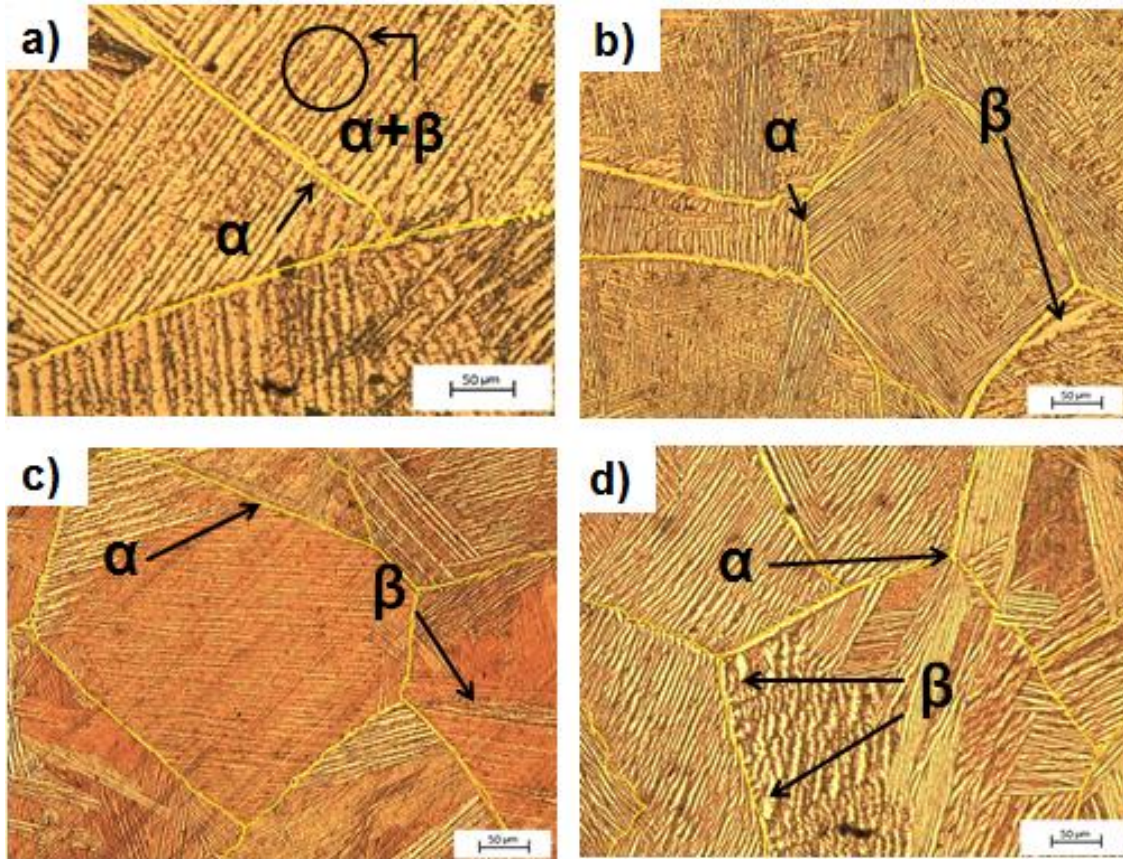


Figure 5. Micrographs of alloy with alternative aged at 1050°C /1h/550° C/30 min: a) furnace, and metal baths: b) Sn, c) Zn and d) Bi at 550°C. Precipitates at grain boundaries as well as lamellae correspond to α phase.

Micro-hardness of duplex aging

Vickers hardness values obtained after DA treatment were reported in figure 6. Different metallic bath gave a significant different microhardness, having major value for Bi bath aging, followed by Sn and Zn baths when compared to that initial titanium alloy, which was linked to the α phase lamellar and smaller grain size (35%) compared to the original titanium alloy. The media quench (water or oil) was irrelevant to hardness values because these were very similar after furnace aging.

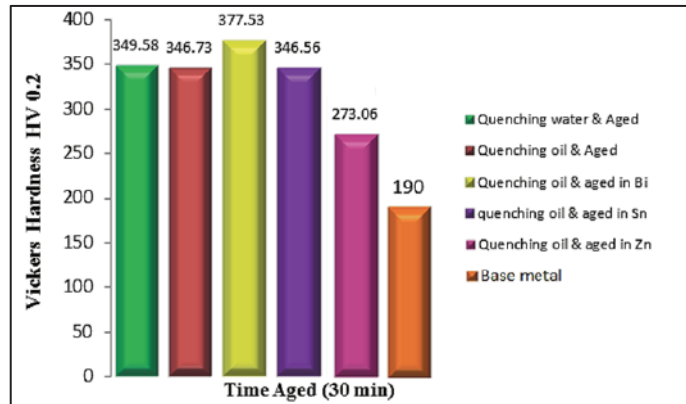


Figure 6. Influence of duplex aged (DA) on the Micro-hardness of the titanium alloy.

Finally, furnace aging treatment produced the maximum value hardness [6], which was undesirable for medical applications. Therefore the Alternative Aging was evaluated by Vickers hardness (figure 7) resulting that the major value was obtained for Sn bath followed by Bi and Zn bath had the minor value, due to the refinement of α lamellar colonies, minor interlaminar distance and major amount of α precipitates at grain boundaries.

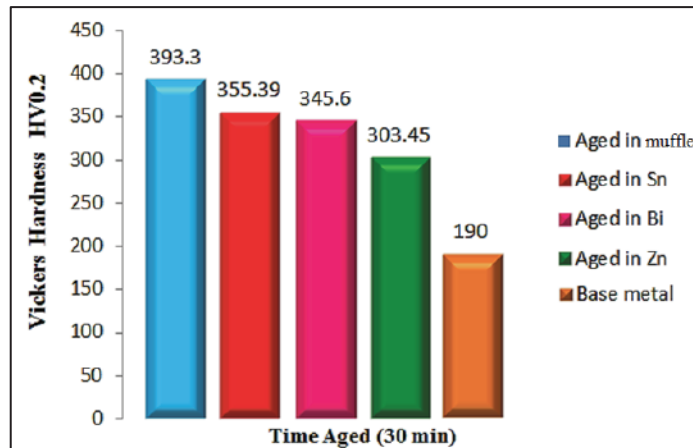


Figure 7. Influence of alternative aging (AA) on the Micro-hardness of the titanium alloy.

Sn and Zn metallic bath Alternative Aging (AA)

Metallic bath for Zn after 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h favored a microstructural evolution having different characteristic changes: at the first stage of aging times, the microstructure achieved a refinement of α lamellar phase and increase in the amount of α precipitates at grain boundaries. A growth of α lamellae colonies and reduction of α precipitates quantity in minor grain boundaries after 10 h were resulted in the over-aging condition, as can be observed in figure 8. The graphic shows that the highest hardness was reached at a time of 4 h related to the greatest refinement of α phase plates with the lowest interlaminar distance of $7.71 \mu\text{m}$ and their precipitation, resulting in the peak-aging condition. On the other hand, the over-aging at a time of 30 h indicating degradation in microstructure and therefore a decrease in microhardness.

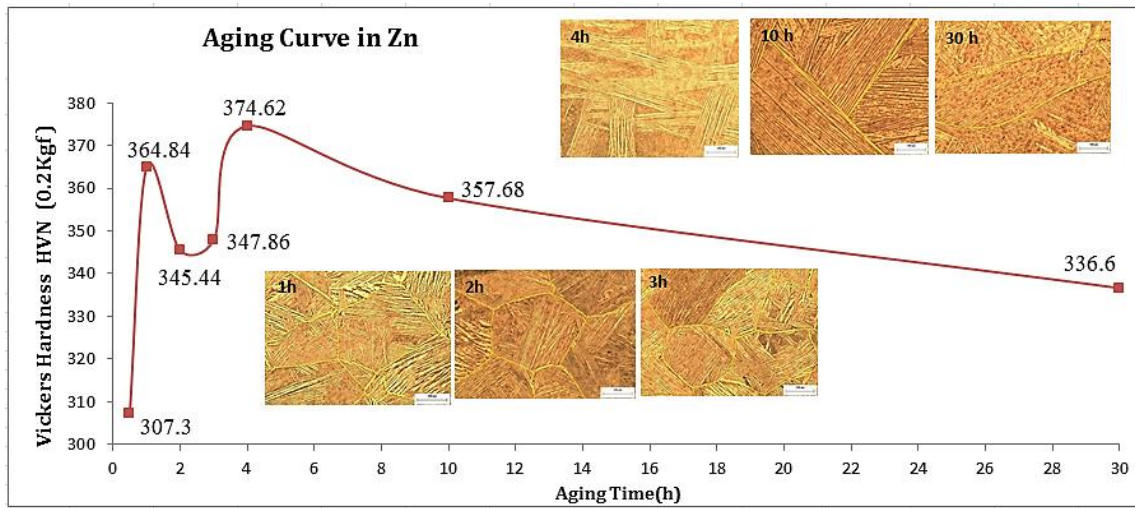


Figure 8. Vickers hardness obtained from alternative aging (AA) after different times of 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h in Zn bath.

Figure 9 illustrates the microhardness versus aging time in which the microstructural changes of the titanium alloy are observed. For the aging times until 2 h, it is clearly seen a grain size refinement as well as for the plates of the α phase, resulting the maximum hardness at 2 h with the peak-aging state. Afterward, the microstructures changed to grain growth and α lamellar too producing a reduction of Vickers hardness as a consequence of over-aging condition [10].

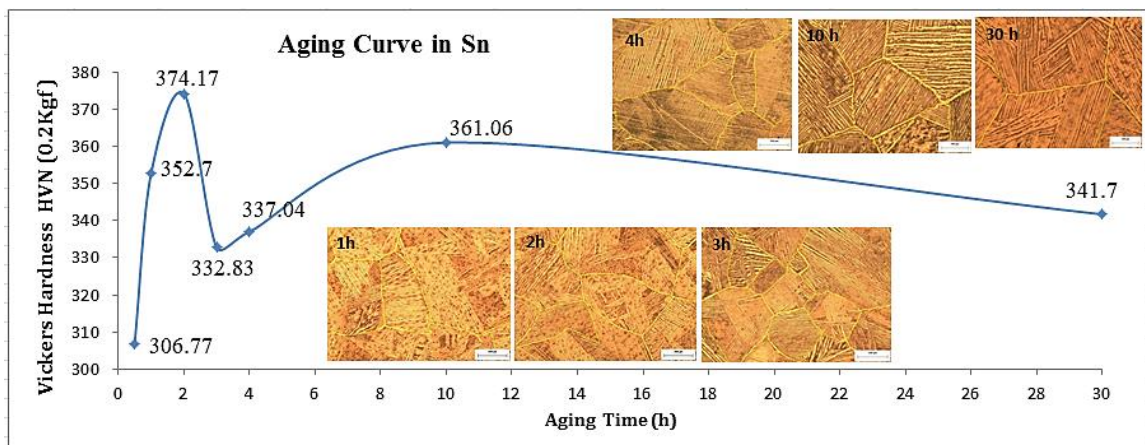


Figure 9. Vickers hardness obtained from alternative aging (AA) times of 1, 2, 3, 4, 10 and 30 h in Sn bath.

CONCLUSIONS

The microstructural evolution of Titanium alloy after Alternative Aging curves was divided in two stages: an α lamellae phase refinement and their precipitates at grain boundaries for the first aging times reaching the maximum Vickers hardness at peak aging condition for two hours inside Sn metallic bath. A second stage considered the growth of grain size and α lamellae phase, reduction in precipitates α amount as well as micro-hardness for longer times than two hours, resulting in the over-aging condition with microstructural degradation. The last microstructural and micro-hardness behaviour is presented in Zn metallic bath showing the peak-aging condition at four hours.

Larger aging time as ten hours is recommended in order to stabilize α precipitation process, growth of α lamellae phase, avoid the highest peak hardness values and growth α grain size. The latter behaviour could be achieved with the Alternative over-aging condition in Sn metallic bath resulting in a desirable increase in titanium alloys performance. Moreover, using Alternative Aging treatment in metal baths saved a step of quenching, and therefore processing time. This could be a new special treatment for titanium and its alloys.

REFERENCES

1. H. J. Rack, Titanium alloys for biomedical applications, USA: Materials Science & Engineering Elsevier, (2006), pp. 1269-1277.
2. R. Nunes, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials, ASM Handbook, (1990), pp. 1770-1774.
3. G. E. Marchetti, Biomateriales en cirugía Ortopédica, Elsevier Masson., (2010), pp. 10-24.
4. R. Reda, Effect of Quenching Temperature on the Mechanical Properties of Cast Ti-6Al-4V Alloy, vol. 2, Journal of Metallurgical Engineering (ME), January 2013, pp. 48-54.
5. H. K. Contributors, Mechanical Testing and Evaluation, vol. 8, (2000), pp. 162-174.
6. T. Morita, Strengthening of Ti-6Al-4V Alloy by Short-Time Duplex Heat Treatment., vol. 46, Japan Institute of metals: Materials Transactions, 2005, pp. 1681-1686.
7. ASTM F-136 Standard specification for wrought titanium-6Aluminium-4Vanadium ELI (Extra Low Interstitial) for surgical implant applications. USA 2013.
8. ASTM E-384 International, Standard Test Methods for Vickers Hardness of Metallic Materials, USA, 2003, pp. 309-314.
9. R. Reda, Effect of single and Duplex Stage Heat Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Cast Ti-6Al-4V Alloy, Metallography, Microstructure and Analysis, 2013, pp. 388-393.
10. R. Filip, The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase Titanium Alloys, vol. 133, Journal of Materials Processing Technology, 2003, pp. 84-89.

C.CALIBRACIÓN DE LA MAQUINA DE FATIGA

La calibración del equipo consistió en determinar el número de ciclos que daban en un tiempo de 1 minuto iniciando con la perilla de 10, esto sin colocar ninguna pesa en la máquina, este procedimiento se realizó con los demás numerales marcados en la perilla; es decir 20, 30, 40 y 50.

Tabla 7) Muestra el número de ciclos de cada perilla por minuto.

PERILLA	TIEMPO (S)	PROMEDIO	CICLOS/min
10	60	913	15.22
20	60	1979	32.98
30	60	3717	61.95
40	60	5266	87.76
50	60	6585	109.75

